

Optimierung eines Plasma-enhanced chemical vapour deposition-Systems zur Entwicklung von Targets für Laser-Ionen-Experimente

Optimisation of a plasma-enhanced chemical vapour deposition system for the development of targets for laser-ion-experiments

Zur Erlangung des Grades eines Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte Dissertation von Robert Paul Jaeger aus München
Tag der Einreichung: 10.04.2018, Tag der Prüfung: 02.07.2018
Darmstadt – D 17

1. Gutachten: Prof. Dr. Markus Roth
2. Gutachten: Prof. Dr. Oliver Boine-Frankenheim



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Fachbereich Physik
Institut für Kernphysik
Laser- und Plasmaphysik
Prof. Dr. Markus Roth

HIC | **FAIR**
for
Helmholtz International Center

Optimierung eines Plasma-enhanced chemical vapour deposition-Systems zur Entwicklung von Targets für Laser-Ionen-Experimente

Optimisation of a plasma-enhanced chemical vapour deposition system for the development of targets for laser-ion-experiments

Genehmigte Dissertation von Robert Paul Jaeger aus München

1. Gutachten: Prof. Dr. Markus Roth
2. Gutachten: Prof. Dr. Oliver Boine-Frankenheim

Tag der Einreichung: 10.04.2018

Tag der Prüfung: 02.07.2018

Darmstadt – D 17

Version: Jaeger Juni 2019

Bitte zitieren Sie dieses Dokument als:

URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-88083

URL: <http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/8808>

Dieses Dokument wird bereitgestellt von tuprints,

E-Publishing-Service der TU Darmstadt

<http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de>

tuprints@ulb.tu-darmstadt.de



Die Veröffentlichung steht unter folgender Creative Commons Lizenz:

Namensnennung – Keine kommerzielle Nutzung – Keine Bearbeitung 4.0 International

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit, die in der AG Laser- und Plasmaphysik des Instituts für Kernphysik (IKP) der TU Darmstadt durchgeführt wurde, konnte in erster Linie eine bestehende PECVD-Prozessanlage erfolgreich instandgesetzt, modernisiert, optimiert, erweitert und in Betrieb genommen werden. In diesem Zuge wurde auch eine aktualisierte technische Dokumentation erstellt, um beispielsweise eine künftige Erweiterung komfortabel planen und vornehmen zu können. Darüber hinaus wurde die Leistungsfähigkeit dieser Anlage anhand von DLC-Beschichtungen gezeigt, aus denen sich insbesondere deuteriumhaltiges Material (a-C:D) für freitragende dünne Folien herstellen ließ. Für diesen Zweck wurde nicht nur ein geeigneter Plasmaprozess ausgewählt und erprobt, sondern auch das dafür notwendige deuterierte Prozessgas (CD_4) im Labormaßstab selbst synthetisiert. Zudem wurden diese Folien in der Weise präpariert, dass sie sich als sog. Targets für Laser-Ionen-Experimente eignen. Im Rahmen einer Experiment-Kampagne konnten zwei solcher deuterierten DLC-Targets erfolgreich erprobt werden.

Mit der Prozessanlage „Plasma-Therm SLR-770 ECR“ ist es möglich, eine chemische Dampfphasenabscheidung durchzuführen, die mit Hilfe eines Niederdruckplasmas aktiviert oder unterstützt wird (engl. **plasma-enhanced chemical vapour deposition**, kurz: PECVD). Dieses PECVD-Verfahren bietet eine vielseitige Methode zur Synthese und Modifikation von dünnen Schichten. Dazu gehört nicht nur die Beschichtung einer Oberfläche, sondern mit der Prozessanlage können auch Plasmaätzprozesse für einen Materialabtrag durchgeführt werden, beispielsweise für eine Strukturierung im Mikrometermaßstab. Daher stellt diese Anlage ein interessantes Instrument zur Herstellung von maßgeschneiderten Targetmaterialien dar, die insbesondere für Experimente mit laserbasierten Plasmen von Interesse sind. Um das vollständige Potential der Anlage nutzen zu können, wurde sie unter anderem umfangreich modernisiert.

Für die Modernisierung der PECVD-Prozessanlage „Plasma-Therm SLR-770 ECR“ wurde das Vakuumsystem zunächst überprüft und generalüberholt. Das separate Vakuumsystem für die Ladeschleuse wurde dabei erweitert, so dass unter anderem ein rasches Be- und Entladen von Substraten zur Prozesskammer möglich ist. Das Vakuumsystem für die Prozesskammer wurde umfangreich generalüberholt und durch relevante Komponenten ergänzt. Das elektrische Steuerungs- und Überwachungssystem der Anlage wurde vollständig durch ein „Retrofit“ ersetzt, das eigenständig geplant, entwickelt, aufgebaut und schließlich erfolgreich in Betrieb genommen wurde. Die dazugehörige Bediensoftware wurde in der Programmierumgebung NI LabVIEW™ erstellt und dabei auch um Funktionen erweitert, die in dem ursprünglichen System nicht vorhanden waren. Der Programmcode dieser sog. PECVD-Applikation wurde ausführlich dokumentiert, so dass daran eine weitere Entwicklung komfortabel anknüpfen kann. Um die Leistungsfähigkeit des PECVD-Systems zu demonstrieren, wurden dünne Schichten aus wasserstoffreichem amorphen Kohlenstoff hergestellt (a-C:H), allgemein auch als DLC bezeichnet (engl. **diamond-like carbon**). Des Weiteren wurden deuterierte Schichten hergestellt, um sie im Rahmen einer Experiment-Kampagne erproben zu können. Für diesen Zweck wurde eine Methode zur Synthese und Aufbereitung von deuteriertem Methan (CD_4) im Labormaßstab entwickelt. Aus den abgeschiedenen Schichten (a-C:D) wurde eine spezielle Präparationsmethode angewandt, um freitragende Targets zu gewinnen. Zur Beurteilung der Plasmaprozesse und hergestellten dünnen Schichten wurden unter anderem Schichtdickenmessungen durchgeführt. Eine chemische Analyse erfolgte explizit für die Schichten aus a-C:D, um den Erfolg der Schichtherstellung zu bestätigen. Abschließend wurden zwei Targets am Hochenergie-Lasersystem PHELIX erfolgreich erprobt, die aus einer dünnen freitragenden Folie des deuterierten Materials bestanden.



Abstract

In the scope of this thesis, which was performed within the laser and plasma physics working group of the Institute of Nuclear Physics (IKP) of TU Darmstadt, it was possible to refurbish, modernize, optimize, expand and commission an existing process system for **plasma-enhanced chemical vapour deposition** (PECVD). As part of this, an updated technical documentation was also created in order, for example, to be able to plan and carry out a future expansion in a comfortable way. In addition, the performance of this PECVD system was demonstrated by DLC coatings, which were used to produce deuterium-containing material (a-C:D) for self-supporting, free-standing thin films. For this purpose not only a suitable plasma process was selected and tested, but also the necessary deuterated process gas (CD_4) was synthesized on a laboratory scale. Moreover, these deuterium-containing films were prepared in such a way that they are suitable as so-called targets for laser-ion experiments. As part of an experiment campaign, two such deuterated DLC targets could be tested successfully.

With the “Plasma-Therm SLR-770 ECR” process system, it is possible to carry out a chemical vapour deposition, which is activated or assisted by means of a low-pressure plasma. This PECVD process provides a versatile method for the synthesis and modification of thin films. This not only includes the coating of a surface, but with the PECVD system plasma etching processes can be performed for a material removal, for instance, for structuring on a micrometer scale. Therefore, this system represents an interesting tool for the production of tailor-made target materials, which are of particular interest for experiments with laser-induced plasmas. In order to be able to use the full potential of the process system, it has been extensively modernized.

For the modernization of the PECVD process system “Plasma-Therm SLR-770 ECR” the vacuum system was first checked and overhauled. The separate vacuum system for the load lock has been extended so that, among other things, rapid loading and unloading of substrates to the process chamber is possible. The vacuum system for the process chamber was extensively overhauled and supplemented by relevant components. The system’s electrical control and monitoring system has been completely replaced by a “retrofit” that has been independently designed, developed, built and finally successfully commissioned. The associated user software was created in the programming environment NI LabVIEW™ and also extended with functions that were not available in the original system. The program code of this so-called PECVD application has been extensively documented, so that a further development can comfortably follow. To demonstrate the performance of the PECVD system, thin layers of hydrogen-rich amorphous carbon were prepared (a-C:H), also commonly referred to as DLC (**diamond-like carbon**). Furthermore, deuterated layers were prepared to be tested as part of an experiment campaign. For this purpose, a method for the synthesis and preparation of deuterated methane (CD_4) was developed on a laboratory scale. From the deposited layers (a-C:D), a special preparation method was used to obtain unsupported targets. To assess the plasma processes and thin films produced, inter alia, layer thickness measurements were carried out. A chemical analysis was done explicitly for the layers of a-C:D to confirm the success of the film deposition. Finally, two targets were successfully tested on the high-energy laser system PHELIX, which consisted of a thin self-supporting foil of the deuterated material.



Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis.....	9
Tabellenverzeichnis.....	11
Abkürzungsverzeichnis.....	13
1. Einleitung.....	15
2. Grundlagen von Niederdruckplasma-Prozessen.....	17
2.1 Eigenschaften von Plasmen.....	17
2.2 Erzeugung eines Niederdruckplasmas.....	20
2.2.1 Kapazitive Gasentladung.....	27
2.2.2 ECR-Gasentladung.....	30
2.3 Niederdruckplasmen - Prozesse und Eigenschaften.....	32
2.3.1 Schichtabscheidung mittels Niederdruckplasmen.....	32
2.3.2 Trockenätzen mittels Niederdruckplasmen.....	35
3. Grundlagen zu Laser-Ionen-Plasmen.....	39
3.1 Erzeugung von laserbasierten Plasmen.....	39
3.2 Erzeugung von laserbasierten Ionen.....	42
3.3 Lasergetriebene Ionenbeschleunigung (nach TSNA).....	42
4. Aufbau, Modernisierung und Erweiterung eines PECVD-Systems.....	47
4.1 Beschreibung der PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR-770 Series“.....	47
4.2 Übersichtsbeschreibung des PECVD-Systems.....	50
4.2.1 Funktionsübersicht der PECVD-Anlage.....	50
4.2.2 Kategorisierung der Anlagen-Teilsysteme.....	53
4.3 Historie zur PECVD-Anlage.....	55
4.4 Planung zum „Retrofit“ des PECVD-Systems.....	55
4.5 Beschreibung der Anlagenbereiche: (A) Hauptkonsole und (B) Nebenkonzole.....	56
4.5.1 Instrumentierung der Hauptkonsole (A) - „Main Cabinet“.....	59
4.5.2 Instrumentierung der Nebenkonzole (B) - „ECR Pod“.....	61
4.6 Beschreibung des Anlagenbereichs (C) - Ladeschleuse.....	62
4.6.1 Ladeschleuse - Erweiterung des Vakuumsystems (<i>VacSys-LL</i>).....	64
4.7 Beschreibung des Anlagenbereichs (D) - Plasmazustandskammer.....	67
4.7.1 Prozesskammer - Beschreibung des Vakuumsystems (<i>VacSys-PCH</i>).....	69
4.7.2 Druckmessinstrumente der Vakuumsysteme.....	72
4.7.3 3D-CAD-Darstellungen zur Prozesskammer.....	77
4.7.4 Prozesskammer - Instandsetzung des Vakuumsystems (<i>VacSys-PCH</i>).....	79
4.8 Prozesskammer - Substrat-Heizsystem der Arbeitselektrode.....	82
4.9 RF-System zur Plasmaanregung.....	87
4.10 Beschreibung des Anlagenbereichs (E) - ECR-Plasmaquelle.....	89
4.11 Beschreibung des Anlagenbereichs (F) - Gasversorgungseinheit.....	91
4.11.1 Funktionsbeschreibung eines thermischen Massenflussreglers.....	94
4.12 Teilsysteme für die Versorgung mit Spülgas und Druckluft.....	96
4.12.1 Teilsystem für die Spülgasversorgung (<i>GaSys-PG</i>).....	96
4.12.2 Teilsystem für die Druckluftversorgung (<i>GaSys-CA</i>).....	97
4.13 Teilsysteme zur Spannungs- und Kühlwasserversorgung.....	100
4.13.1 Teilsystem für die Spannungsversorgung (<i>PowerSys</i>).....	100
4.13.2 Teilsystem für die Kühlwasserversorgung (<i>CoolSys</i>).....	103
5. Modernisierung und Erweiterung des PECVD-Systems (<i>ControlSys</i>).....	109
5.1 Vorbereitungen für das geplante „Retrofit“ (<i>ControlSys</i>).....	109
5.2 Übersicht zum Steuerungssystem.....	111
5.3 Beschreibung der Messdatenerfassung und Analogausgabe.....	115
5.4 Beschreibung des DI-DO-Steuerungssystems (<i>ControlSys-DIO</i>).....	117
5.5 Beschreibung der Relais-Module I und II.....	119
5.5.1 Relais-Modul I.....	119

5.5.2 Relais-Modul II.....	120
5.6 Übersicht der digitalen Signalpfade.....	121
6. PECVD-Applikation.....	125
6.1 Übersicht der PECVD-Applikation (GUI).....	125
6.2 Oberer Applikationsbereich.....	128
6.3 Unterer Applikationsbereich.....	129
6.4 Bedienhinweise für Vakuumsysteme.....	133
7. Programmstruktur der PECVD-Applikation.....	137
7.1 Blockdiagramm-Struktur.....	137
7.1.1 Programmstruktur zu LOOP #1.....	137
7.1.2 Programmstruktur zu LOOP #2 bis LOOP #11.....	140
8. Herstellung und Präparation von Targets.....	149
8.1 Diamantähnlicher Kohlenstoff.....	150
8.1.1 Modifikationen von amorphem Kohlenstoff.....	150
8.1.2 Diamantähnlicher Kohlenstoff als Targetmaterial.....	151
8.2 Durchführung des PECVD-Prozesses mit CH ₄	152
8.3 Herstellung von deuterierten DLC-Schichten.....	154
8.3.1 Planung der CD ₄ -Synthese.....	155
8.3.2 Durchführung der CD ₄ -Synthese.....	157
8.3.3 Durchführung des PECVD-Prozesses mit CD ₄	160
8.4 Präparation von freitragenden Targets.....	160
8.4.1 Herstellung von dünnen Folien aus DLC.....	160
8.4.2 Herstellung von freitragenden Targets.....	162
8.4.3 Präparation von Targets.....	164
9. Charakterisierung des Targetmaterials.....	167
9.1 Ionenstrahlanalyse (ISA).....	170
9.1.1 Methodik und Auswertung.....	171
9.2 Erprobung von Targets mit deuteriertem DLC.....	176
9.2.1 Laserschuss: Shot #24.....	176
9.2.2 Laserschuss: Shot #28.....	178
10. Fazit und Ausblick.....	181
 Anhang.....	 183
Literaturverzeichnis.....	189
Publikationsliste.....	194
Danksagung.....	195
Lebenslauf.....	197
Erklärung zur Dissertation.....	199

Abbildungsverzeichnis

Abb. 2.1: Glimmentladung (skizziert).....	22
Abb. 2.2: Grundprinzip einer Prozessanlage für Niederdruckplasmen.....	23
Abb. 2.3: Floating-Potential.....	26
Abb. 2.4: Symmetrische RF-Gasentladung und zeitlich gemittelter Potentialverlauf zwischen den Elektroden, Erläuterung im Text.....	28
Abb. 2.5: Schematischer Aufbau einer Plasmaprozessanlage, (b) Potentialverlauf zwischen den beiden Elektroden, nach [Konuma, 1992], Erläuterung im Text.....	29
Abb. 2.6: Grundprinzip der ECR-Heizung nach [Lieberman, 2005], Erläuterung im Text.....	31
Abb. 2.7: (a) Grundlegende Ätzmechanismen beim plasmabasierten Trockenätzen, (b) Vergleich von drei Ätztechniken, Erläuterung im Text.....	35
Abb. 3.1: Laserplasma (skizziert).....	41
Abb. 3.2: Laserpulsprofil (skizziert).....	44
Abb. 3.3: Lasergetriebene Ionenbeschleunigung nach dem TSNA-Mechanismus.....	43
Abb. 4.1: Frontansicht der PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR770 ECR“.....	49
Abb. 4.2: Schematische Übersicht des PECVD-Systems „Plasma-Therm SLR770 ECR“ (PlasmaSys).....	51
Abb. 4.3: Ansicht der Haupt- und Nebenkonsole der PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR770 ECR“.....	57
Abb. 4.4: Übersicht zu korrespondierenden Komponenten der Haupt- und Nebenkonsole.....	58
Abb. 4.5: Ansicht der geöffneten Ladeschleuse - „Home Position“.....	63
Abb. 4.6: Ansicht von Ladeschleuse und Übergangsbereich zu Ventil V-SLOT.....	63
Abb. 4.7: Schematische Darstellung des Vakuumsystems für Ladeschleuse (VacSys-LL).....	64
Abb. 4.8: Umbau und Erweiterung der Ladeschleuse (LL).....	66
Abb. 4.9: Detailansicht der Prozesskammer und Komponenten.....	68
Abb. 4.10: Vakuumsystem für die Prozesskammer (VacSys-PCH), Erläuterung im Text.....	69
Abb. 4.11: Kapazitäts-Vakuummeter.....	73
Abb. 4.12: Vakuummeter nach dem Pirani-Prinzip.....	74
Abb. 4.13: Vakuummeter nach Bayard-Alpert-Prinzip.....	76
Abb. 4.14: 3D-Ansicht der Prozesskammer mit Hinweisen zu angrenzenden Komponenten.....	78
Abb. 4.15: 3D-Ansicht und Einblick ins Innere der Prozesskammer.....	82
Abb. 4.16: Heizsystem für Arbeitselektrode, Erläuterung im Text.....	83
Abb. 4.17: 3D-Ansicht und Einblick in den unteren Bereich der Prozesskammer (Arbeitselektrode)....	86
Abb. 4.18: Komponenten zur Erzeugung und Anregung eines Niederdruckplasmas im MHz-Bereich...88	
Abb. 4.19: Ansicht der ECR-Plasmaquelle „Astex ECR AX4400“, Erläuterung im Text.....	90
Abb. 4.20: 3D-CAD-Darstellung der ECR-Plasmaquelle „Astex ECR AX4400“, Erläuterung im Text.....	90
Abb. 4.21: Ansicht des „Gas Enclosure Panels“ (GaSys-MFC).....	92
Abb. 4.22: Schematische Übersicht des „Gas Enclosure Panels“ (GaSys-MFC).....	93
Abb. 4.23: Funktionsprinzip eines Massendurchflussreglers.....	94
Abb. 4.24: Innensicht eines Massendurchflussreglers (MKS, Typ 1179B).....	95
Abb. 4.25: Schematische Darstellung der Spülgasversorgung (GaSys-PG), Erläuterung im Text.....	97
Abb. 4.26: Schematische Darstellung der Druckluftversorgung (GaSys-CA), Erläuterung im Text.....	98
Abb. 4.27 Schematische Darstellung der Spannungsversorgung (PowerSys), Erläuterung im Text....	101
Abb. 4.28: Schematische Darstellung der Kühlwasserversorgung (CoolSys), Erläuterung im Text.....	104
Abb. 4.29: Schematische Darstellung des Interlocksystems, Erläuterung im Text.....	106
Abb. 5.1: Signalschnittstelle an ursprünglichem PC-System, Erläuterung im Text.....	110
Abb. 5.2: (a) Innen- und (b) Außenansicht der Kupplungsbox, Erläuterung im Text.....	110
Abb. 5.3: Schematische Übersicht zum Steuerungssystem (ControlSys-OV) , Erläuterung im Text....	112
Abb. 5.4: Ansicht der Konsolensegmente (A.2) und (A.3) bzw. des Steuerungssystems.....	114
Abb. 5.5: Schematische Darstellung der Messdatenerfassung und Analogausgabe (ControlSys-AIO). 116	
Abb. 5.6: Schematische Darstellung der digitalen Steuerung und Überwachung (ControlSys-DIO)....	117
Abb. 5.7: Frontansicht von Relais-Modul I.....	119
Abb. 5.8: Seitliche Ansicht von Relais-Modul I.....	119
Abb. 5.9: Front- und Seitenansicht von Relais-Modul II.....	120
Abb. 5.10: Detailansicht des Aufbaus von Relais-Modul II.....	120
Abb. 5.11: Übersicht der digitalen Signalfade (ControlSys-DIO), Teil 1 von 2.....	122

Abb. 5.12: Übersicht der digitalen Signalpfade (ControlSys-DIO), Teil 2 von 2.....	123
Abb. 6.1: Grafische Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation (Teilansicht).....	126
Abb. 6.2: Ansicht des oberen Applikationsbereichs.....	128
Abb. 6.3: Ansicht des Registerkartenbereichs „System Status“.....	129
Abb. 6.4: Ansicht der Druckmesswerte mit optionaler Messwertspeicherung.....	130
Abb. 6.5: Ansicht des Registerkartenbereichs „Process Instrumentation“.....	132
Abb. 6.6: Ansicht des Registerkartenbereichs „MFC Control“.....	133
Abb. 7.1: Programmstruktur von „LOOP #1“.....	138
Abb. 7.2: Programmstruktur von „LOOP #2“.....	140
Abb. 7.3: Programmstruktur von „LOOP #3“.....	140
Abb. 7.4: Programmstruktur von „LOOP #4“.....	141
Abb. 7.5: Programmstruktur von „LOOP #7“.....	142
Abb. 7.6: Symbolisches Fluss- u. Zustandsdiagramm zum Abwärtszähler („LOOP #6“).....	143
Abb. 7.7: Programmstruktur von „LOOP #8“.....	144
Abb. 7.8: Programmstruktur von „LOOP #9“.....	145
Abb. 7.9: Programmstruktur von „LOOP #10“.....	146
Abb. 7.10: Programmstruktur von „LOOP #11“.....	146
Abb. 8.1: Ternären Phasendiagramm der Bindungsanteile von Kohlenstoff, nach [Robertson, 2002].	150
Abb. 8.2: Wasserstoffanteil (at.%) in Abhängigkeit der korrespondierenden Dichte der DLC-Schicht, entnommen aus [Varhue et al, 1990].....	152
Abb. 8.3: Wasserstoffanteil (at.%) in Abhängigkeit von der negativen Substratvorspannung (Bias), entnommen aus [Varhue et al, 1990].....	152
Abb. 8.4: Silizium-Wafer mit DLC-Beschichtung (teilweise).....	154
Abb. 8.5: Schematische Darstellung des Aufbaus zur Gassynthese und Aufbereitung.....	156
Abb. 8.6: Ansicht des Aufbaus zur Gassynthese und Aufbereitung.....	158
Abb. 8.7: (a) Glassubstrat mit Cu und DLC beschichtet, (b) separierte DLC-Folie nach Ätzauftrag von Cu-Beschichtung.....	162
Abb. 8.8: Separation einer DLC-Schicht von Si-Wafer mittels Flusssäure.....	163
Abb. 8.9: 3D-Darstellung Targethalterung.....	164
Abb. 8.10: Trocknungsverlauf bei DLC-Folie auf Trägerfolie.....	165
Abb. 8.11: Lichtmikroskop-Aufnahme von DLC-Folie auf Trägerfolie nach Trocknung: (a) freistehend über Kreisausschnitt, (b) Detailansicht.....	165
Abb. 8.12: REM-Aufnahme von DLC-Folie auf Trägerfolie: (a) freistehend über Kreisausschnitt (100fache Vergrößerung), (b) Detailansicht der DLC-Folie, u.a. im Querschnitt (1000fache Vergrößerung)	166
Abb. 9.1: Funktionsprinzip und Aufbau des Rasterkraftmikroskops „XE-100 SPM“.....	167
Abb. 9.2: ISA-Proben.....	170
Abb. 9.3: Verlauf des differentiellen Wirkungsquerschnitts für die Streuung von Protonen an Kohlenstoff als Funktion der Energie, Streuwinkel 165 °.....	182
Abb. 9.4: PES-Spektrum der Probe D3 (a-C:H auf Silizium-Substrat), gemessen mit einer Protonen-Energie von 1,5 MeV.....	173
Abb. 9.5: Verlauf des differentiellen Wirkungsquerschnitts für Kernreaktion von ^3He mit Deuterium als Funktion der Energie, Reaktionswinkel 135 °.....	174
Abb. 9.6: Protonen-Spektrum der Probe C2 (DLC, a-C:D) unter 135 ° aufgenommen für ^3He -Energie von 690 keV: rote Linie Experiment, blaue Linie SIMNRA-Simulation [SIMNRA, 1997].....	175
Abb. 9.7: RCFs nach Laserschuss „Shot #24“ (Targetmaterial: deuteriertes DLC).....	177
Abb. 9.8: Räumliche Verteilung der Neutronenanzahl nach Laserschuss „Shot #28“ (Targetmaterial: deuteriertes DLC).....	179
Abb. 9.9: Räumliche Verteilung der Neutronenanzahl nach Laserschuss „Shot #25“ (Targetmaterial: deuteriertes Polystyrol).....	179

Tabellenverzeichnis

Tabelle 6.1: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-PCH (Prozesskammer).....	134
Tabelle 6.2: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-LL (Ladeschleuse).....	134
Tabelle 6.3: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-LL (Ladeschleuse) - Einschleusevorgang.....	135
Tabelle 6.4: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-LL (Ladeschleuse) - Ausschleusevorgang.....	135
Tabelle 8.1: Prozessparameter für Ionenätzen und DLC-Beschichtung (PECVD).....	153
Tabelle 9.1: Abscheidungsrate bei PECVD von DLC; Parameter siehe Text.....	169
Tabelle 9.2: Materialproben für die Ionenstrahlanalyse.....	170
Tabelle 9.3: Messergebnisse der Ionenstrahlanalyse.....	174



Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
AI	engl. Analogue Input = analoger Eingang
AO	engl. Analogue Output = analoger Ausgang
BOA	engl. Break-Out Afterburner
CAD	engl. Computer-Aided Design = computergestützte Konstruktion
COM	engl. Communication Equipment = serielle Schnittstelle (RS-232)
CW	engl. Continuous Wave = kontinuierliche Welle / Dauerstrich
DI	engl. Digital Input = digitaler Eingang
DLC	engl. Diamond-like Carbon = diamantähnlicher Kohlenstoff
DO	engl. Digital Output = digitaler Ausgang
ECR	engl. Electron Cyclotron Resonance = Elektronen-Zyklotron-Resonanz
FWHM	engl. Full Width at Half Maximum = Halbwertsbreite
HID	engl. Human Interface Device = USB-Eingabegeräte (z.B. Maus, Tastatur)
IE	engl. Ion Etching = physikalisches Plasmaätzen (mittels Ionen)
ISA	engl. Industry Standard Architecture (Computerbus-Standard)
ISA	Ionenstrahlanalyse
ISM-Band	engl. Industrial, Scientific and Medical Band = Frequenzbereich für industrielle, wissenschaftliche und medizinische Zwecke
LabVIEW™	engl. L aboratory V irtual I nstrumentation E ngineering W orkbench (Software)
MFC	engl. Mass Flow Controller = Massenflussregler
MW	engl. Microwave = Frequenzen im GHz-Bereich, z.B. 2,45 GHz
NI	National Instruments (Firma)
NRA	engl. Nuclear Reaction Analysis
OES	optische Emissionsspektroskopie
PCI	engl. Peripheral Component Interconnect (Computerbus-Standard)
PE	engl. Plasma Etching = chemisches Plasmaätzen (mittels Radikale)
PECVD	engl. Plasma-Enhanced Chemical Vapour Deposition = plasmaunterstützte chemische Dampfphasenabscheidung
PES	engl. Proton-Enhanced(-crosssection) Scattering

PHELIX	P etawatt H och-Energie L aser für S chwerionen- E xperimente
PID	P roportional I ntegral D erivative, bzgl. Regelungsparameter
PS/2	(obsolete) serielle Schnittstelle für Computer-Eingabegeräte
PTFE	P olytetrafluorethylen, z.B. Handelsname der Fa. DuPont: „Teflon“
PVD	engl. P hysical V apour D eposition = physikalische Dampfphasenabscheidung
REM	R asterelektronen m ikroskop(-ie)
RF	engl. R adio F requency = Frequenzen im 1-100 MHz-Bereich
RIE	engl. R eactives I on E tching = reaktives Ionenätzen, Kombination aus PE und IE
TTL	T ransistor- T ransistor L ogik (Standardpegel 5 V oder 3,3 V)
TSNA	engl. T arget N ormal S heath A cceleration
USB	engl. U niversal S erial B us (Computerbus-Standard)
V-AC	engl. V olts A lternating C urrent = Wechselspannung
V-DC	engl. V olts D irect C urrent = Gleichspannung
VGA	engl. V ideo G raphics A rray = Computergrafikstandard (Monitoranschluss)
VI	engl. V irtual I nstrument (Programm/-teil in NI LabVIEW™)

Symbole und Formelzeichen

e_0	Elementarladung
ϵ_0	elektrische Feldkonstante (Permittivität des Vakuums)
k_B	Boltzmann-Konstante

1. Einleitung

Bereits kurze Zeit nach der Realisierung des Rubinlasers durch Maiman [Maiman, 1960] erkannte man rasch das Potential, mit Hilfe von gepulster Laserstrahlung bzw. ausreichender Intensität ein Plasma zu erzeugen, wenn diese auf eine Materialprobe trifft [Linor, 1962]. In zunehmendem Maße wurde beobachtet, dass aus einem solchen Plasma hochenergetische Ionen emittiert werden können [Gregg et al., 1966]. Obgleich das Forschungsinteresse kaum nachließ, Ionen mit Hilfe eines laserinduzierten Plasmas zu beschleunigen, gelang es auch nach Jahrzehnten nicht, wesentlich in den MeV-Bereich vorzudringen. Beispielsweise wurde bei einer Intensität von $2 \cdot 10^{18} \text{ W/cm}^2$ lediglich von einer Ionenenergie bis 1,3 MeV berichtet [Fews et al., 1994].

Mit fortlaufender Entwicklung von Lasersystemen nahm nicht nur die verfügbare Leistungsfähigkeit zu, sondern auch das Interesse an Wechselwirkungsprozessen eines Laserfeldes mit Materie bei immer höherer Intensität. Abgesehen von der Möglichkeit, die Laserstrahlung auf einen begrenzten Raum fokussieren zu können, wird die erreichbare Intensität vor allem durch die Erzeugung sehr kurzer Pulse zusätzlich drastisch erhöht. Insbesondere durch den Einsatz der sog. CPA-Technik [Strickland et al., 1985] ist es möglich, Laserintensitäten bis 10^{21} W/cm^2 und mehr zu erzielen. Diese Technik wird z.B. bei Hochenergie-Lasersystemen eingesetzt, um Laserpulse mit Energien bis zu einigen hundert Joule und einer Dauer von einer Picosekunde und weniger zu realisieren [Gibbon, 2005]. Dies eröffnete z.B. neuartige Untersuchungen bei relativistischen Laser-Plasma-Wechselwirkungen.

So wurde im Jahr 2000 in unabhängigen Experimenten entdeckt, dass beim Laserbeschuss von dünnen Folien (sog. Targets) Protonen mit einer kinetischen Energie von einigen MeV auftraten [Clark et al., 2000; Maksimchuk et al., 2000; Snavely et al., 2000]. Im Gegensatz zu bisherigen Beobachtungen war zudem bemerkenswert, dass diese Ionen auf der Rückseite der Folien austraten und Energien bis 58 MeV aufwiesen [Snavely et al., 2000]. Es stellte sich heraus, dass hierbei durch das intensive Laserfeld Elektronen aus dem erzeugten Plasma in Richtung Targetoberfläche beschleunigt werden. Diese erreichen relativistische Geschwindigkeiten, propagieren durch die dünne Folie und bauen auf der Rückseite eine negativ geladene „Ladungswolke“ auf. Bei dieser laser-induzierten Ladungsseparation entsteht ein elektrisches Feld in der Größenordnung TV/m. Oberflächennahe Atome auf der Targetrückseite werden dadurch ionisiert und auf kinetische Energie von einigen MeV beschleunigt. Bei diesem sog. TNSA-Mechanismus (engl. **t**arget **n**ormal **s**heath **a**cceleration) werden die Ionen überwiegend parallel zur Targetnormalen beschleunigt, was typischerweise einen kollimierten Strahl hoher Intensität zur Folge hat.

Diese Entdeckung führte rasch zu Überlegungen, die laserbasierte Ionenbeschleunigung für Anwendungen nutzbar zu machen, die z.B. auf eine konventionelle Technik wie Teilchenbeschleunigern angewiesen waren. Beispielsweise dienen energiereiche Ionen zur Erzeugung und Erforschung von Materie bei hoher Energiedichte und in exotischen Zuständen [Pelka et al., 2010], zur Nutzung als sog. „Fast Ignitor“ im Rahmen der Fusionsforschung [Roth et al., 2001] oder werden für die Protonenradiographie eingesetzt [Mackinnon et al., 2006]. Auch im Bereich der Medizin gibt es regen Bedarf an Alternativen zu einem platz- und kostenintensiven Beschleunigersystem, wie z.B. bei der Tumorthherapie [ICFA, 2011] oder einer künftigen Behandlung von Herzrhythmusstörungen [GSI, 2017].

Allerdings stellte sich zunehmend heraus, dass der TNSA-Mechanismus vielen Anforderungen kaum gerecht werden konnte. Beispielsweise werden im Falle der Tumorthherapie monoenergetische Ionenenergien zwischen 150 MeV und 250 MeV pro Nukleon benötigt. Der TNSA-Mechanismus liefert hingegen eher ein exponentiell fallendes Energiespektrum mit einer maximalen Ionenenergie um 70 MeV [Gaillard et al., 2011].

In der theoretischen Arbeit von [Yin et al., 2006] wurde jedoch eine Alternative vorgestellt, die mitunter weitaus höhere Ionenenergien prognostiziert. Für diesen laserbasierten Beschleunigungsmechanismus wurde die Bezeichnung „laser break-out afterburner“ (engl., kurz: BOA) geprägt. In diesem Fall werden die Ionen durch ein intensives Laserfeld nicht von einer Targetoberfläche beschleunigt, sondern in einer entscheidenden Phase aus dem Volumen heraus. Bei den aktuell verfügbaren Laserparametern (Pulsprofil bzw. Intensität, zeitlicher Kontrast) werden entsprechend dünne Schichtdicken benötigt, um unter anderem die Laserenergie effizient auf dieses Targetvolumen abzustimmen. Die Schichtdicken liegen meist zwischen 200 nm und 1200 nm [Wagner, 2014]. Neben einer auf die Laserparameter abgestimmten Materialstärke wird zudem die chemische Zusammensetzung des Targetmaterials relevant. Daher ist die Entwicklung von Targets und entsprechenden Materialien ebenso bedeutsam für die effektive Nutzung eines Beschleunigungsmechanismus wie die Kontrolle der Laserparameter. Maßgeschneiderte, dünne Targetfolien können auch für aktuelle Themen der Grundlagenforschung von hohem Nutzen sein, wie z.B. bei der Erzeugung gerichteter und gepulster Neutronenstrahlen hoher Intensität [Roth et. al, 2013; Kleinschmidt, 2017]. In diesem speziellen Fall werden deuteriumhaltige Materialien als Target verwendet.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde eine bestehende Plasmaprozessanlage umfangreich modernisiert, erweitert, optimiert und erfolgreich im Targetlabor des Instituts für Kernphysik (TU Darmstadt) in Betrieb genommen. Mit einem solchen PECVD-System ist es möglich, Targetmaterialien maßgeschneidert herzustellen, die sich insbesondere für Laser-Ionen-Experimente eignen.

Aufbau der Arbeit

In Kapitel 2 werden Grundlagen zu Plasmen erörtert und insbesondere die Eigenschaften von Niederdruckplasmen in Bezug auf Oberflächenprozesse geschildert. In Kapitel 3 wird auf die Grundlagen von lasererzeugten Plasmen und deren Wechselwirkung mit intensiver Laserstrahlung eingegangen. Kapitel 4 umfasst die Beschreibung des PECVD-Systems und welche Maßnahmen zur Modernisierung durchgeführt wurden; dieser Teil dient auch einer aktuellen Dokumentation. In Kapitel 5 wird detailliert auf das „Retrofit“ des Steuerungs- und Überwachungssystems für das PECVD-System eingegangen, welches eigenständig geplant, entwickelt und aufgebaut wurde. Die dazugehörige Bediensoftware wurde in der Programmierumgebung NI LabVIEW™ erstellt und wird in Kapitel 6 vorgestellt. Eine Erläuterung zu dieser sog. PECVD-Applikation wird in Kapitel 7 umrissen. Um die Leistungsfähigkeit des PECVD-Systems zu demonstrieren, wurden ultradünne Schichten aus wasserstoffreichem amorphen Kohlenstoff (a-C:H) hergestellt. In Kapitel 8 werden dazu entsprechende Überlegungen geschildert und welcher Plasmaprozess ausgewählt wurde. Weiterhin wird in diesem Kapitel eine Methode zur Synthese und Aufbereitung von deuteriertem Methan im Labormaßstab beschrieben, um es in einem Plasmaprozess zu nutzen. Abschließend wird eine Präparationsmethode vorgestellt, mit der sich die hergestellten deuterierten Filme (a-C:D) für freitragende Targets nutzen lassen. In Kapitel 9 folgt eine Charakterisierung von Schichten, die aus a-C:H oder a-C:D hergestellt wurden und welche Methoden dafür zum Einsatz kamen. Dieses Kapitel schließt mit einer erfolgreichen Erprobung von zwei Targets ab, die während einer Experiment-Kampagne am Hochenergie-Lasersystem PHELIX stattfand.

2. Grundlagen von Niederdruckplasma-Prozessen

Niederdruckplasmen wurden im Rahmen dieser Arbeit eingesetzt, um insbesondere ultradünne Schichten aus wasserstoffreichen amorphem Kohlenstoff herzustellen, siehe Kapitel 8. Dieses Material eignet sich z.B. als freitragende Folie für Laser-Ionen-Experimente, bei denen mitunter heiße Laserplasmen mit hoher Dichte auftreten. Somit wird solch ein Targetmaterial – aus einem gewissen Blickwinkel betrachtet – beim Herstellungsprozess in einem Niederdruckplasma erst „geboren“, um letztlich in einem dichten Laserplasma vielversprechend wieder zu „verglühen“.

In diesem Kapitel werden allgemeine Eigenschaften zu Plasmen kurz umrissen. Insbesondere werden dabei besondere Merkmale von Niederdruckplasmen hervorgehoben und vor allem deren Erzeugung und Nutzung für eine Schichtabscheidung und Oberflächenbehandlung geschildert (Ätztechniken). Die Bedeutung von allgemein verwendeten Formelzeichen ist im Abkürzungsverzeichnis angefügt, siehe Seite 14.

2.1 Eigenschaften von Plasmen

Durch Temperaturerhöhung lässt sich (abhängig vom Druck) feste Materie typischerweise in einen flüssigen und gasförmigen Aggregatzustand überführen. Wird einem Gas weiter ausreichend Energie zugeführt, entsteht aufgrund von Ionisationsprozessen ein weiterer Materiezustand: ein Plasma, abgeleitet von dem altgriechischen Begriff für „Gebilde“. Dieser physikalische Begriff wurde 1928 von Langmuir und Tonks geprägt und kennzeichnet ein gasförmiges Medium, das im Wesentlichen aus drei Komponenten besteht: Ionen, Elektronen und – je nach Zustand, wie z.B. der Temperatur – aus einem Hintergrund an Neutralteilchen (Moleküle, Radikale, Atome). Bei der Bildung eines Plasmas tritt kein klassischer Phasenübergang auf. Dennoch wird dieser Materiezustand als „vierter Aggregatzustand“ bezeichnet, da er sich bei einem merklichen Anteil an ionisierten Teilchen signifikant von den Eigenschaften eines Gas unterscheidet. Beispielsweise besitzt ein Plasma aufgrund von freien Ladungsträgern eine elektrische Leitfähigkeit und weist wegen weitreichender, elektromagnetischer Wechselwirkungen ein kollektives Verhalten auf. Inwiefern ein Plasma sich von einem neutralen Gas unterscheidet, hängt im Wesentlichen von der Teilchendichte n_i an ionisierten Teilchen im Verhältnis zur Teilchendichte n_n der Neutralteilchen ab. Bei nur einfach positiv geladenen Ionen (Kernladungszahl $Z=1$) lässt sich dieses Verhältnis mit dem Ionisationsgrad X wie folgt wiedergeben:

$$X = \frac{n_i}{n_n + n_i} \quad (\text{G 2.1})$$

Befindet sich ein Plasma im thermodynamischen Gleichgewicht, so dass die Rate von Ionisations- und Rekombinationsprozessen äquivalent ist, kann der Ionisationsgrad in Abhängigkeit von der Temperatur T , den Teilchendichten und der Ionisierungsenergie W_{ion} mit der Saha-Gleichung¹ [Saha, 1920] beschrieben werden. Mit Annahme von einfach positiv geladenen Ionen und Einsetzen der Naturkonstanten lautet sie [Stroth, 2011]:

$$X = \frac{n_i}{n_n + n_i} \approx \frac{n_i}{n_n} \approx 3 \cdot 10^{27} \frac{T^{3/2}}{n_i} e^{-W_{\text{ion}}/T} \quad (\text{G 2.2})$$

1 auch als Eggert-Saha-Gleichung bezeichnet

Der Ionisationsgrad X steigt drastisch an, sobald sich die Temperatur T der spezifischen Ionisationsenergie W_{ion} eines Teilchens annähert. Für technologisch erzeugte (nicht-thermische) Niederdruckplasmen lässt sich die Saha-Gleichung nicht oder nur bedingt anwenden, da sich die jeweilige Temperatur von Ionen und Elektronen naturgemäß deutlich unterscheiden und Wechselwirkungen mit dem umgebenden Rezipienten zu berücksichtigen sind (z.B. Wandrekombination). Betrachtet man die Energieverteilungen der unterschiedlichen Teilchen in einem derartigen Plasma, so liegt die Elektronentemperatur T_e deutlich höher als die Ionentemperatur T_i und die Temperatur des neutralen Gases T_n :

$$T_e \gg T_i \approx T_n \quad (\text{G 2.3})$$

Die Temperatur bzw. kinetische Energie² von Neutralteilchen und Ionen liegt typischerweise bei Werten $\leq 0,1$ eV, weshalb es auch als Niedertemperaturplasma bezeichnet wird; freie Elektronen besitzen dagegen meist kinetische Energien zwischen 2 und 8 eV [Franz, 2004]. Der Ionisationsgrad liegt bei einem Niedertemperatur-Niederdruckplasma mit einer Hochfrequenzanregung von z.B. 13,56 MHz bei $X = 10\text{E-}3$ [Lieberman, 2005].

Charakterisierung eines Plasmas

In einem Plasma liegen negative und positive Teilchen idealerweise zu gleichen Ladungsanteilen vor, so dass es sich bei einer ausreichend großen Ausdehnung nach außen elektrisch neutral zeigt. Im einfachen Fall entspricht die Ladungsdichte der Elektronen n_e der Dichte an Ionen n_i mit der Ladungszahl Z :

$$n_e \simeq Z n_i \quad (\text{G 2.4})$$

Inwiefern die Bedingung dieser Quasineutralität auf kleiner Skala erfüllt ist, lässt sich mit der Debye-Abschirmlänge λ_D beschreiben. Aufgrund der frei beweglichen Ladungsträger in einem Plasma zieht beispielsweise ein positiv geladenes Teilchen umliegende Elektronen an, während es gleichnamige Ladungen tendenziell abstößt. Obwohl die beteiligten Teilchen infolge ihrer thermischen Energie ($\sim k_B T$) nur kurzzeitig wechselwirken, erhöht sich um das positive Teilchen im Mittel die negative Raumladungsdichte und es wird elektrostatisch abgeschirmt. Aus der Überlagerung des Coulomb-Potentials V_C (Vakuumbedingung) mit dem abschirmenden Raumladungspotential V_R resultiert das Debye-Potential V_D . Im einfachen Fall eines isothermen Plasmas mit Teilchen der Ladungszahl $Z=1$ ergibt sich für den Potentialverlauf V_D somit [WSP 1983]:

$$V_D(r) = V_C(r) + V_R(r) = \frac{e_0}{4\pi \epsilon_0} \frac{1}{r} e^{-\frac{r}{\lambda_D}} \quad (\text{G 2.5})$$

Wie im Falle eines idealen Plasma wird hierbei als Näherung angenommen, dass die mittlere elektrostatische Wechselwirkungsenergie zwischen zwei unterschiedlich geladenen Teilchen wesentlich kleiner ist als die mittlere thermische Energie ($e_0 V_D \ll k_B T$). Anhand Gleichung (G 2.5) ist zu erkennen, dass das Debye-Potential V_D exponentiell mit dem Abstand r abfällt. Bei $r \gg \lambda_D$ ist eine Coulomb-Wechselwirkung soweit vernachlässigbar, dass eine Ladung ausreichend abgeschirmt wird und die Bedingung der Quasineutralität erfüllt ist; ein Plasma muss somit eine räumliche Ausdehnung haben, die deutlich größer als die Debye-Länge ist. Bei einem Abstand $r \ll \lambda_D$ überwiegt wiederum das Coulomb-Potential V_C mit einem Verlauf proportional zu $1/r$.

² 1 eV entspricht ≈ 11600 K (Annahme: $E = k_B T$)

Bei dem oben beschriebenen Mechanismus können auch positiv geladene Ionen analog negativ geladene Teilchen wie Elektronen abschirmen. Allgemein betrachtet ergibt sich die Debye-Länge λ_D aus einem Gleichgewicht beider abschirmender Mechanismen bzw. aus der jeweiligen Debye-Länge der Elektronen λ_{De} und Ionen λ_{Di} [Kegel, 1998]:

$$\frac{1}{\lambda_D^2} = \frac{1}{\lambda_{De}^2} + \frac{1}{\lambda_{Di}^2} \quad (\text{G 2.6})$$

Mit der Temperatur für die Elektronen T_e und Ionen T_i sowie der Kernladungszahl Z für eine Ionenspezies folgt:

$$\frac{1}{\lambda_D^2} = \frac{e^2 n_e}{\epsilon_0} \left(\frac{1}{k_B T_e} + \frac{Z}{k_B T_i} \right) \quad (\text{G 2.7})$$

Insbesondere bei einem Niederdruckplasma besitzen die Elektronen eine wesentlich höhere Mobilität als die trägeren Ionen, so dass der abschirmende Einfluss der Ionen auf negative Teilchen vernachlässigt werden kann. Aus Gleichung (G 2.7) ergibt sich dann für die Debye-Länge λ_D näherungsweise:

$$\lambda_D \approx \lambda_{De} = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k_B T_e}{e^2 n_e}} \quad (\text{G 2.8})$$

Die Debye-Länge λ_D ist somit maßgeblich von der Temperatur der Elektronen T_e und deren Dichte n_e abhängig. Der oben beschriebene Abschirmungsmechanismus kann allerdings nur erfüllt sein, wenn sich ausreichend viele geladene Teilchen in einem bestimmten Volumen befinden. Die Forderung lässt sich mit dem Plasmaparameter N_D definieren, der sich aus der Elektronendichte n_e des ungestörten Plasmas und dem Volumen V_D der Debye-Kugel ergibt, deren Radius mit der Debye-Länge λ_D gegeben ist:

$$N_D = n_e V_D = n_e \frac{4}{3} \pi \lambda_{De}^3 \quad (\text{G 2.9})$$

Als alternative Bedingung für die Quasineutralität leitet sich daraus ab, dass die Zahl der abschirmenden Elektronen sehr groß sein muss bzw. für den Plasmaparameter gilt $N_D \gg 1$. Bei einem Niederdruckplasma, welches mittels elektrischer Gasentladung erzeugt wird, liegt die Elektronendichte z.B. bei $n_e = 1 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$ und die Debye-Länge bei $\lambda_{De} = 7 \cdot 10^{-5} \text{ m}$, woraus sich ein Plasmaparameter von $N_D = 2 \cdot 10^4$ ergibt [Stroth, 2011]. Da hierbei λ_{De} deutlich kleiner ist als die typische Ausdehnung einer solchen Gasentladung (minimal einige Zentimeter), wird die Bedingung der Quasineutralität auch unter diesem Aspekt erfüllt.

Wird in einem Plasma durch einen äußeren Einfluss eine Ladungstrennung erzeugt, so führt dies zu einer zeitlichen Schwankung der Ladungsdichte mit einer charakteristischen Eigenfrequenz [Tonks et al., 1929]. Im idealisierten Fall betrachtet man für die Beschreibung dieser Frequenz ein quasineutrales, „kaltes“ Plasma, bei dem die thermische Bewegung der Elektronen vernachlässigt werden kann. Wird nun ein Elektron durch eine elektrische Kraft kurzzeitig gegen den Ionenhintergrund etwas verschoben, so oszilliert es danach um seine Ruhelage. Die Ionen werden aufgrund ihrer wesentlich höheren Masse als ruhend angenommen und gewährleisten die Quasineutralität.

Aus der entsprechenden Schwingungsgleichung der Elektronen ergibt sich die sog. Plasma(kreis)frequenz ω_{pe} , die maßgeblich nur durch die Elektronendichte n_e bestimmt wird (bei nicht-relativistischer Betrachtung):

$$\omega_{pe} = \sqrt{\frac{e^2 n_e}{\epsilon_0 m_e}} \quad (\text{G 2.10})$$

Die Gleichung (G 2.10) lässt sich analog auch auf die Schwingung von Ionen anwenden, indem die Elektronenmasse m_e durch die entsprechende Masse m_i des Ions eingesetzt wird. Aus der Plasmafrequenz lässt sich folgern, dass sie auch eine Grenzfrequenz $f = \omega_{pe}/(2\pi)$ darstellt, bis zu welcher ein Plasma eine elektromagnetische Welle oder ähnliche dynamische Störung abzuschirmen vermag.

2.2 Erzeugung eines Niederdruckplasmas

Plasmen faszinieren oft durch ihre charakteristischen Leuchterscheinungen, die durch Anregungs- und Rekombinationsprozesse entstehen. In der Natur sind dies z.B. atmosphärische Blitze, bei denen ein Ladungsausgleich in einem elektrisch leitenden Kanal aus Plasma erfolgt, das eine Dichte von typischerweise 10^{25} m^{-3} und eine Temperatur von 1 eV aufweist [Stroth, 2011]. Auch im Alltagsbereich nutzt man elektrische Entladungen zur kontrollierten Erzeugung von Plasmen, beispielsweise bei Gasentladungsröhren für Leuchtzwecke wie Blitz- und Glimmlampen („Neonröhren“) sowie beim Pumpvorgang von Gaslasern. Die Leuchtstoffröhre stellt eine spezielle Metaldampf Lampe dar, die an der Innenwand mit einem fluoreszierenden Leuchtstoffgemisch versehen ist. Mit Hilfe eines Niederdruckplasmas³ werden hierbei Quecksilberatome durch Elektronenstöße zur Emission von UV-Strahlung angeregt, die durch die Leuchtstoffe in sichtbares Licht umgewandelt wird. Die Zufuhr der elektrischen Energie erfolgt in den genannten Fällen direkt über Elektroden. Intensiv leuchtende Plasmen lassen sich aber auch über die Einkopplung von elektromagnetischen Wellen erzeugen. Zum Beispiel erfolgt dies bei der sog. Schwefelkugellampe mittels Mikrowellenstrahlung im GHz-Bereich [Plasma-i, 2019].

Insbesondere Niederdruckplasmen werden im Laborbereich und für industrielle Anwendungen eingesetzt, um dünne Schichten herzustellen und Oberflächen zu modifizieren, Details dazu folgen in Abschnitt 2.3. Bei diesen Plasmaprozessen werden auftretende Emissionen im sichtbaren Spektrum und teilweise jenseits davon am ehesten für diagnostische Zwecke genutzt, beispielsweise bei der optischen Emissionsspektroskopie (kurz: OES), [Franz, 2004; Kolpaková et al., 2011]. Über das charakteristische Linienspektrum eines angeregten Teilchens kann in einem Niederdruckplasma beobachtet werden, welches Material z.B. ätztechnisch abgetragen wird bzw. wann ein Prozessschritt gestoppt werden sollte, um ein unerwünschtes Überätzen zu unterbinden. Die Emission von UV-Strahlung ist ggf. für eine unterstützende Wirkung bei einem Reinigungsprozess bedeutsam, z.B. wenn eine Oberfläche von organischen Kontaminationen befreit werden soll; eine separate Emissionsquelle ist dafür jedoch oft effizienter („kaltes Ausheizen durch Vakuum-UV“, [Peschl, 2019]).

³ als Zünd- oder Puffergas wird hierbei z.B. Argon verwendet, $p \approx 10 \text{ mbar}$

Je nach Prozesstechnik werden Niederdruckplasmen typischerweise in einem Arbeitsdruck zwischen $0,1 < p < 100 \text{ Pa}$ eingesetzt, näheres dazu in Abschnitt 2.3. Unter anderem wird durch den Druckbereich die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen definiert, was die Wirkungsweise eines Prozesses beeinflusst. Zum Beispiel bleibt der reaktive Zustand von freien Radikalen bei einem reduzierten Druck ($< 1013 \text{ mbar}$) länger erhalten, da störende Kollisionen, die zu einer Desaktivierung führen können, seltener auftreten. Weiterhin lassen sich Plasmen bei einem geeigneten, niedrigem Gasdruck (z.B. kleiner 100 mbar) technisch einfacher zünden.

Niederdruckplasmen für prozesstechnische Anwendungen werden üblicherweise durch Zufuhr von Energie in Form elektrischer Felder erzeugt, angeregt und geheizt. Eine einfache Methode stellt eine Glimmentladung dar, die mit einer ausreichend hohen Gleichspannung betrieben wird. Bei dieser selbstständigen Gasentladung fließt ein Gleichstrom zwischen zwei Elektroden durch das Niederdruckplasma, weshalb hierfür im Englischen die Bezeichnung „direct current“ üblich ist (kurz: DC).

In Abb. 2.1 wird eine solche Glimmentladung schematisch gezeigt. In einer Vakuumröhre aus z.B. Glas befindet sich ein Gas unter reduziertem Druck. An den Röhrenenden ist jeweils eine Elektrode einge-

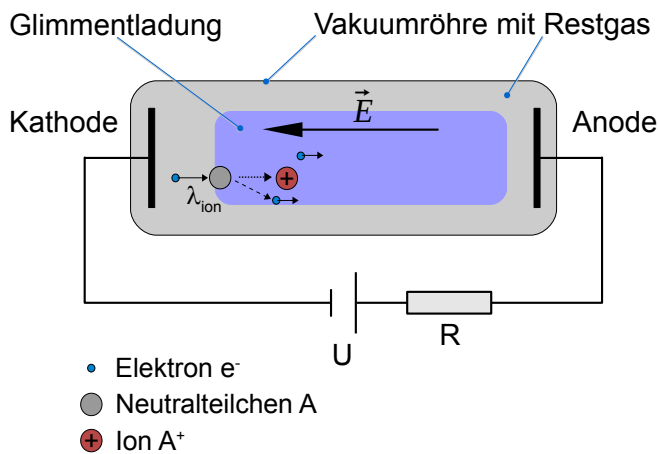


Abb. 2.1: Glimmentladung (skizziert)

gebracht, über die eine Spannung U angelegt wird bzw. sich ein statisches elektrisches Feld E aufbaut. Sobald ein Niederdruckplasma gezündet ist, bildet sich eine Glimmentladung zwischen den Elektroden aus. Der Einfachheit halber ist in der Skizze nur eine leuchtende Zone angedeutet, die am ehesten der sog. positiven Säule entspricht und bei welcher Ionisations- und Verlustprozesse im Gleichgewicht stehen. Bei einer realen Glimmentladungsröhre hingegen können mehrere leuchtende und dunkle Zonen (sog. Dunkelräume) beobachtet werden. Die Ausdehnung ist u.a. vom herrschenden Druckbereich und der Gassorte abhängig [Franz, 2004].

Um eine selbstständige Gasentladung zu erzeugen, ist zunächst ein **Zündvorgang** im neutralen und elektrisch nicht leitenden Restgas erforderlich. Dazu muss ein freies Elektron⁴ im elektrischen Feld E mindestens auf eine kinetische Energie W_e beschleunigt werden, die der jeweiligen Ionisationsenergie W_{ion} eines Gasteilchens entspricht. Beispielsweise liegt im Falle von Wasserstoff W_{ion} bei $13,6 \text{ eV}$, um es von einem Neutralteilchen in ein einfach geladenes Ion zu überführen.

In Abb. 2.1 ist allgemein skizziert, wie ein freies Elektron von der Kathode in Richtung Anode beschleunigt wird und auf ein Neutralteilchen A inelastisch stößt, welches ionisiert wird und dann in Richtung Kathode driftet. Bei dieser Elektronenstoßionisation verdoppelt sich in dem Fall die Anzahl an freien Elektronen, die erneut in Richtung Anode beschleunigt werden und weitere Ionisationen zur Folge haben. Letztlich setzt sich dieser Prozess lawinenartig fort, so dass sich ein elektrisch gut leitfähiges Plasma ausbildet. Der Lawineneffekt geht erst dann in Sättigung über, wenn die Erzeugungsrate von Elektron-Ion-Paaren durch Verlustprozesse (Diffusion, Rekombination und ggf. Elektroneneinfang) kompensiert wird. Um den Stromfluss nach dem Zündvorgang und insbesondere für eine technische Anwendungen zu begrenzen, dient ein Widerstand R . Zudem kann die Zündspannung auf eine niedrige Betriebsspannung reduziert werden, sobald die Gasentladung selbstständig glimmt.

4 maßgeblich verursacht durch Höhen- und Untergrundstrahlung, bei Glimmentladungen auch durch Ionenbeschuss auf das Kathodenmaterial

Die erforderliche Zündspannung hängt u.a. von dem Abstand der Elektroden ab und ergibt sich maßgeblich aus der Durchschlagsfeldstärke E_D . Hierfür wird zunächst eine Beschleunigungsstrecke definiert, die ein Elektron zurücklegen muss, damit mindestens gilt: $W_e = W_{ion}$. Die Strecke wird auch Ionisationslänge λ_{ion} genannt (mit der elektrischen Feldstärke E), vgl. auch Abb. 2.1:

$$\lambda_{ion} = \frac{W_{ion}}{e_o E} \quad (G 2.11)$$

Während das Elektron über die Länge λ_{ion} beschleunigt wird, darf es mit keinem anderen Teilchen kollidieren. Daher muss die mittlere freie Weglänge λ_{e0} des Elektrons im Restgas mindestens so groß sein wie die Ionisationslänge λ_{ion} . Die Weglänge ist abhängig vom reziproken Produkt aus dem Wirkungsquerschnitt σ_0 für elastische Stöße eines Elektrons mit einem anderen Teilchen und der Neutralgasdichte n_n . Aus Gleichung (G 2.11) und der mittleren freien Weglänge λ_{e0} ergibt sich schließlich jene Durchschlagsfeldstärke E_D , bei der ein Plasma gezündet werden kann [Stroth, 2011]:

$$E_D = \sigma_0 n_n \left(\frac{W_{ion}}{e_o} \right) \quad (G 2.12)$$

Im Falle von Wasserstoff mit einem Wirkungsquerschnitt $\sigma_0 = 5 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2$ und einer Neutralgasdichte $n_n = 1 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$ (Druck entsprechend ca. 1 mbar) ergibt sich für die Durchschlagsfeldstärke E_D ein theoretischer Wert von etwa $1,8 \text{ kV cm}^{-2}$. Reale Werte liegen jedoch deutlich niedriger, zumal auch die Form und Materialwahl der Elektroden einen nennenswerten Einfluss haben kann. Zur Berechnung der Durchschlagsfeldstärke bei reduziertem Druck liefert das Paschen-Gesetz zuverlässigere Werte; hierfür werden allerdings u.a. empirisch ermittelte Konstanten benötigt. Für Plasmaprozesse spielt die mittlere freie Weglänge bzw. der Druckbereich ebenfalls eine bedeutsame Rolle, vgl. Abb. 2.7.

DC-Gasentladungen können mitunter für Beschichtungsverfahren wie der Kathodenzerstäubung (engl. sputtering) oder für plasmabasierte Oberflächenprozesse (Ionenätzen, vgl. Abschnitt 2.3) eingesetzt werden. Der technische Aufwand zu anderen Plasmaprozessen ist relativ gering. Allerdings können dielektrische Materialien (z.B. Keramiken) im Rahmen einer DC-Gasentladung prozesstechnisch nicht verwendet/behandelt werden, da über sie kein Gleichstrom fließen kann.

Plasmaerzeugung mittels Wechsel- und Wellenfelder

Im Vergleich zu DC-Gasentladungen lassen sich mit elektrischen Wechselfeldern ähnliche Plasmadichten⁵ bei zugleich niedrigen Drücken erzeugen, die kapazitiv oder induktiv in ein Niederdruckplasma eingekoppelt werden. Auch die Verwendung eines dielektrischen Materials ist möglich, das z.B. als sog. Sputtertarget⁶ dienen soll. Für Wechselfelder im kHz-Bereich ist im Englischen die Bezeichnung „low frequency“ (LF) gebräuchlich, im hochfrequenten Bereich „radio frequency“ (RF). In der Prozesstechnik ist mit der Abkürzung RF eine Plasmaanregung im MHz-Bereich gemeint, insbesondere um es von einer Anregung im GHz-Bereich technologisch abzugrenzen. Für eine LF-Gasentladungen wird meist eine Frequenz von 40 kHz genutzt, für eine RF-Anregung eine Frequenz von 13,56 MHz, aber auch Frequenzen bis 100 MHz werden je nach Anwendung genutzt.

5 Summe der Elektronen- und Ionendichte

6 Material, mit dem eine Oberfläche mittels Kathodenzerstäubung beschichtet wird, meist bei Frequenzen im MHz-Bereich

Wellenfelder wie Mikrowellenstrahlung werden direkt über ein geeignetes Fenster in eine Vakuumkammer (Hohlraumresonator) eingekoppelt, um dichte Plasmen zu erzeugen. Dafür wird oft ein Magnetron mit einer Frequenz von 2,45 GHz verwendet. Auch die Kombination von mehreren Anregungsfrequenzen ist möglich, um die Effizienz eines Prozesses zu erhöhen [KöhlerM, 1998]. Die Nutzung einer bestimmten Frequenz hängt allgemein von der erlaubten Freigabe für technische Anwendungen ab, dem sog. ISM-Band (engl. industrial, scientific and medical band).

Eine weitere Erhöhung der Plasmadichte lässt sich erzielen, indem das eingekoppelte Wechsel- oder Wellenfeld mit einem statischen Magnetfeld kombiniert wird. Hierbei absorbieren freie Elektronen die Energie elektromagnetischer Wellen resonant, so dass sich hoch dichte ECR-Plasmen erzeugen lassen; weitere Details werden in Abschnitt 2.2.2 erläutert. Im Rahmen dieser Arbeit wird in Abschnitt 2.2.1 die Plasmaerzeugung mittels kapazitiver RF-Gasentladung kurz geschildert. Andere Methoden zur Erzeugung von Niederdruckplasmen sind für den Betrieb der PECVD-Prozessanlage nicht von Belang und würden zudem den Umfang des Kapitels übersteigen. Es sei deshalb auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen, insbesondere [KöhlerM, 1998] sowie [Franz, 2004; Lieberman, 2005].

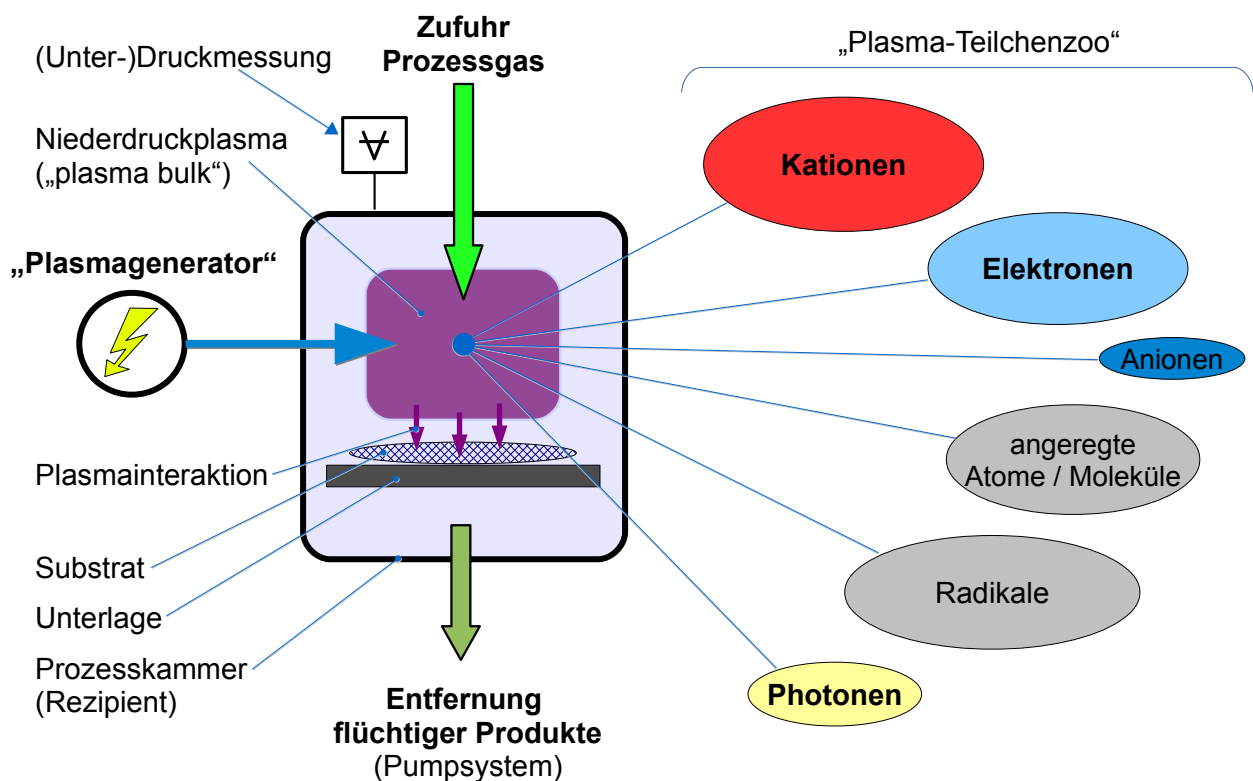


Abb. 2.2: Grundprinzip einer Prozessanlage für Niederdruckplasmen

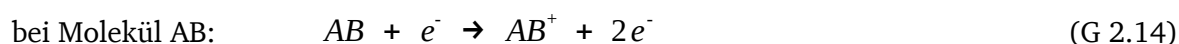
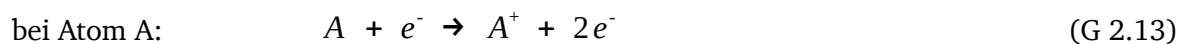
Abb. 2.2 gibt auf der linken Seite das Grundprinzip einer Prozessanlage schematisch wieder, mit der sich Beschichtungs- und Trockenätzverfahren durchführen lassen; weitere ergänzende Komponenten werden z.B. anhand von Abb. 4.10 ersichtlich. In einer Vakuumkammer⁷ befindet sich ein Behandlungsgut auf einer geeigneten Unterlage, die je nach Prozess beheizt oder gekühlt werden kann.

⁷ auch Prozess- oder Plasmakammer genannt

Das Behandlungsgut – wie z.B. ein Substrat (Wafer) oder eine Materialprobe – wird dem Einfluss eines Niederdruckplasmas ausgesetzt, das mit Hilfe eines „Plasmagenerators“ erzeugt und aufrecht erhalten wird. Dies kann z.B. ein Hochfrequenzgenerator sein, der eine RF-Gasentladung bei 13,56 MHz ermöglicht. Die Energieeinkopplung erfolgt in diesem Fall entweder induktiv über eine außerhalb der Vakuumkammer umliegenden Spule (bzw. einem kleinen Kammerbereich wie z.B. einem Glasrohr) oder kapazitiv über plattenförmige Elektroden, die sich innerhalb der Kammer befinden und in nahem Kontakt mit dem Plasma stehen; die zuletzt genannte Methode wird z.B. in Abb. 2.5 dargestellt. Je nach Prozess ist ein Gas oder Gasgemisch erforderlich, das mit einem definierten Massenfluss in die Vakuumkammer eingeleitet wird. Durch die eingekoppelte Energie bzw. diverse physikalische und chemische Abläufe im Niederdruckplasma wird ein Prozessgas in eine „aktivierte“ Form überführt. Dies können angeregte oder ionisierte Teilchen des eingesetzten Gases sein, siehe „Plasma-Teilchenzoo“ weiter unten. Während des Prozesses entstehen üblicherweise auch flüchtige Reaktionsprodukte, die mit Hilfe eines Pumpsystems kontinuierlich entfernt werden müssen. Abhängig von den stöchiometrischen Reaktionsverhältnissen würde andernfalls der Druck in der Vakuumkammer ansteigen, was die Prozessbedingungen nachteilig beeinträchtigen würde. Die Entfernung der Reaktionsprodukte ist auch wichtig, da es ansonsten zu unerwünschten Nebenreaktionen im Plasma oder auf dem Substrat kommen kann (Redeposition auf der Oberfläche). Eine Druckmessung dient dem Zweck, den Arbeitsdruck des Prozesses kontrollieren zu können sowie optional den Evakuier- und Belüftungsvorgang.

„Plasma-Teilchenzoo“

Welche Vielfalt an Teilchen in einem Niederdruckplasma erzeugt werden kann, wird auf der rechten Seite der Abb. 2.2 skizziert, basierend auf [KöhlerM, 1998]. Die Größenverhältnisse der Teilchenspezies sind dabei nur exemplarisch dargestellt und hängen von diversen Prozessparametern ab, siehe Auflistung am Ende dieses Abschnitts. Obgleich die Anzahl an „inaktiven“ Neutralteilchen eines Prozessgases meist deutlich überwiegt (Atome, Moleküle, Fragmente), stellen sie am ehesten ein Reservoir für nachfolgende Prozesse im Plasma dar und werden deshalb nicht gezeigt. Typischerweise ist das Plasma zwar schwach ionisiert ($X < 10E-3$), aber vor allem die freien energiereichen Elektronen stellen die entscheidende Basis für die Erzeugung weiterer Teilchen mit häufig reaktiven Eigenschaften dar. Ein kinetischer Energieübertrag dieser Elektronen auf z.B. Neutralteilchen durch Stöße ist recht ineffektiv, da der Massenunterschied sehr groß ist. Vielmehr führt eine Kollision energiereicher Elektronen zur Bildung unterschiedlichster Teilchenspezies. Wie anhand von Abb. 2.1 beschrieben, wird durch einen inelastischen Elektronenstoß mit ausreichend hoher Energie aus einem Neutralteilchen ein Kation-Elektron-Paar erzeugt (direkte Ionisation):



Bei der dissoziativen Ionisation wird ein Molekül AB in zwei Teile zerlegt, so dass u.a. ein elektrisch geladenes Molekülfragment A^+ entsteht:



Als mögliche Folgereaktion kann die elektrische Ladung eines gebildeten Ions auch auf ein anderes neutrales Teilchen übertragen werden (engl. charge transfer):



Weiterhin kann ein Molekül AB durch einen inelastischen Elektronenstoß in zwei ungeladene Fragmente gespalten werden (einfache Dissoziation):



Vor allem freie Radikale können nach dieser Reaktion oder auch durch Stöße mit energiereichen Ionen in sehr hoher Anzahl entstehen, allgemein formuliert:



Als Folge von derartigen Stößen wird die chemische Bindung eines (mehratomigen) Moleküls R_1-R_2 aufgebrochen und das betreffende Elektronenpaar wird auf die beiden Molekülfragmente R_1 und R_2 aufgeteilt (homolytische Bindungsspaltung). Aufgrund der ungepaarten Elektronen sind freie Radikale chemisch äußerst reaktionsfreudig bzw. bestrebt, neue Bindungen einzugehen. Bei Verwendung des Prozessgases Sauerstoff ist es beispielsweise möglich, organische Substanzen von einer Substratoberfläche durch „kaltes Oxidieren“ zu entfernen (Plasmaätzen, vgl. Abb. 2.7). Des weiteren kann ein Radikal durch Abstraktion eines Elektrons zu einem Anion werden, wobei der Reaktionspartner zu einem Radikal-Kation wird. Im Falle einer heterolytischen Bindungsspaltung verbleibt das Elektronenpaar bei einem Reaktionspartner, so dass je ein Kation und ein Anion entsteht. Bei dieser Spaltung nimmt in der Regel das elektroneγαtivere Element (z.B. ein Halogen wie Fluor) die negative Ladung auf. Derartige und weiterführende Reaktionen können sehr komplex sein, da sie von diversen Prozessparametern bestimmt werden. Weitere Bildungsprozesse, die insbesondere bei Elektronenstößen auftreten, werden z.B. in [Franz, 2004] ausgeführt.

Die genannten Teilchenspezies befinden sich meist nicht in einem Grundzustand, sondern in elektronisch angeregten Zuständen. Bei Molekülen können nur oder auch zusätzlich schwingungsangeregte Zustände vorliegen. Dies kann nach einem Rekombinationsprozess der Fall sein oder durch eine Elektronenstoßanregung von Neutralteilchen, wie in folgender Reaktion bei einem Atom A dargestellt (für Moleküle ist dies analog gegeben):



Elektronisch angeregte Atome oder Moleküle sind chemisch reaktionsfreudiger als im Grundzustand, so dass die Aktivierungsenergie für chemische Reaktionen deutlich herabgesetzt wird. Ansonsten wird bei der elektronischen Desaktivierung in einen Grundzustand oder Zustand niedriger Energie ein Photon ausgesandt, das der Differenz der betreffenden zwei Energieniveaus entspricht ($\Delta E = E_2 - E_1 = h\nu$):



Treten mehrere solcher Übergänge auf, so führt das zu einem charakteristischen Linienspektrum. Es kann sich vom infraroten, über den sichtbaren bis hin zum energiereichen UV-Bereich erstrecken. Das Linienspektrum stellt bei Plasmaprozessen nicht nur eine faszinierende „Nebenerscheinung“ dar, sondern lässt sich, wie oben bereits erwähnt, z.B. für spektroskopische Zwecke nutzen (OES), vor allem für eine sog. Endpunktbestimmung beim kontrollierten Verlauf eines Plasmaprozesses [Wutz, 2010].

Abgesehen von der Erhaltung der Quasineutralität und Erzeugung von Radikalen spielen positiv geladene Teilchen eine äußerst relevante Rolle bei Prozessen, die sich in der Randschicht zu einer Elektrode hin ereignen. Durch den dort auftretenden Potentialabfall werden die Ionen in der Randschicht beschleunigt und treffen als hoch energetische Teilchen z.B. auf eine Substratoberfläche; weitere Details dazu werden u.a. in Abschnitt 2.3 näher betrachtet.

Folgende Prozessparameter können Einfluss darauf nehmen, welche Teilchenspezies vornehmlich erzeugt wird (Konzentration- und Energieverteilung) oder von einer anderen abhängt, vgl. auch Abschnitt 2.3 sowie [KöhlerM, 1998]:

- **Druckbereich**
- **Prozessgas:** Gas oder Gasgemische (inklusive „Verdünnungsgas“)
- **Massenfluss** der einzelnen Prozessgase
- **Plasmaerzeugung** – Anregung, Leistung, Kombination: DC, RF, MW, ECR, etc.
- **Abpumpvermögen** von flüchtigen Reaktionsprodukten

Welche Bedeutung die Wahl eines Druckbereichs und Prozessgases aufweist, wird in Abschnitt 2.3.2 erläutert. Ein ausreichender Massenfluss der einzelnen Prozessgase (Edukte) ist in gleichem Maße wichtig, wie ein entsprechend dimensioniertes Abpumpvermögen. Nicht nur der Arbeitsdruck wird dadurch auf einem konstanten Niveau gehalten, sondern es kann auch vermieden werden, dass ein Reaktionsgleichgewicht nachteilig verschoben wird. Ansonsten können Nebenreaktionen begünstigt werden, die z.B. zu einer Deposition von unerwünschten Verbindungen auf der Substratoberfläche führen. Weiterhin kann die eingekoppelte Leistung die Erzeugungsrate einer reaktiven Spezies beeinflussen bzw. die Rate lässt sich nicht zwingend beliebig nach oben skalieren, sondern es liegt ein Maximum vor.

Für Reaktionen auf der Substratoberfläche (Schichtwachstum, Trockenätzen) kann außerdem relevant sein, welche Substrattemperatur eingestellt bzw. ob die Unterlage beheizt oder gekühlt wird. Die Selbstvorspannung stellt in diesem Kontext ebenso einen wichtigen Prozessparameter dar, weil hiermit die kinetische Energie von Ionen definiert werden kann, die auf einem Substrat z.B. das Schichtwachstum beeinflussen; Details siehe Seite 29.

Plasma-Randschicht

Ein reales Niederdruckplasma stellt in einer Vakuumkammer kein isoliertes „Gebilde“ dar, sondern steht in Wechselwirkung mit naheliegenden Oberflächen wie der inneren Wandung oder Elektrodenflächen. Während der „Kern“ des Plasmas (engl. plasma bulk) quasineutral ist, bildet sich zu angrenzenden Oberflächen eine Plasma-Randschicht aus (engl. plasma sheath).

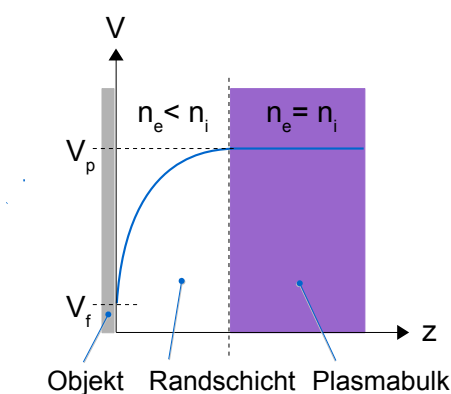


Abb. 2.3: Floating-Potential

Es soll angenommen werden, dass ein elektrisch isoliertes Objekt in direktem Kontakt mit einem Plasma gebracht wird und so dem Fluss von Elektronen und Ionen ausgesetzt ist. Da die Elektronen durch ihre geringe Masse eine deutlich höhere kinetische Energie besitzen, ist deren Fluss anfangs größer. Als Folge lädt sich das Objekt bezüglich des Plasmas elektrisch negativ auf. Zwischen Plasma und Objekt bildet sich ein elektrisches Feld mit negativem Potentialabfall, in welchem positive Teilchen beschleunigt und weitere Elektronen zunehmend abgebremst oder sogar abgestoßen werden. Auf diese Weise kann das Objekt nicht unbegrenzt negativ aufgeladen werden, sondern nähert sich einem Maximalwert bzw. „schwimmenden“ Potential an (engl. float).

Wie in Abb. 2.3 dargestellt, resultiert daraus das sog. Floating-Potential V_f , das konstante Plasma-Potential wird mit V_p bezeichnet. Da nur Elektronen mit ausreichend hoher kinetischer Energie dieses Potential bzw. die Randschicht überwinden können, aber einen verhältnismäßig geringen Anteil haben, stellt sich letztlich ein identischer Fluss von Elektronen und positiven Teilchen zum Objekt ein und rekombinieren dort. Das Plasma bleibt quasineutral. In der Randschicht ist die Elektronendichte n_e jedoch kleiner als die Ionendichte n_i , was eine Verletzung der Quasineutralität bedeutet. Diese Randschicht muss somit von der Ausdehnung einer Debye-Länge sein und wird daher auch als Debye-Schicht bezeichnet [Stroth, 2011].

Stellt das Objekt eine Elektrode dar, kann eine externe Spannung aufgebracht werden. Je nach Spannungsquelle ist es dann möglich, die räumliche und zeitliche Ausdehnung der Randschicht bzw. den Potentialverlauf zwischen Plasma und Elektrode wesentlich zu beeinflussen. Beispielsweise kann eine (Arbeits-)elektrode durch eine angelegte RF-Spannung deutlich höher negativ aufgeladen werden, als dies beim Floating-Potential der Fall ist, siehe Selbstvorspannung auf Seite 29. Positiv geladene Teilchen wie Kationen können auf diese Weise auf hohe kinetische Energien beschleunigt werden, was insbesondere bei Trockenätzverfahren genutzt wird (Abschnitt 2.3.2).

2.2.1 Kapazitive Gasentladung

In diesem Abschnitt wird die kapazitive Einkopplung eines Wechselfeldes in ein Niederdruckplasma näher betrachtet, wie sie z.B. für Trockenätzverfahren genutzt wird. Durch den auftretenden Verschiebungsstrom kann ein Plasma effektiver geheizt werden als bei einer DC-Gasentladung, bei welcher die einkoppelbare Leistung ausschließlich von dem Stromfluss bzw. den Ohm'schen Verlusten abhängt. Typischerweise wird das Plasma bei kapazitiver Einkopplung zwischen zwei flächigen, gegenüber stehenden Elektroden in einer Vakuumkammer erzeugt. Ein vereinfachter Aufbau eines solchen Parallelplatten- oder Planarplattenreaktor ist in Abb. 2.4 dargestellt, nach [Stroth, 2011; Konuma, 1992]. Zwischen den beiden Elektroden mit der jeweiligen Fläche $A_1 = A_2$ wird mit Hilfe eines RF-Generators eine symmetrische Gasentladung erzeugt. Häufig wird dafür eine Anregungsfrequenz von $f_{RF} = 13,56$ MHz verwendet (vgl. Abschnitt 4.9), so dass für die jeweilige Plasmafrequenz der Elektronen ω_{pe} und Ionen ω_{pi} angenommen wird:

$$\omega_{pe} \gg \omega_{RF} \gg \omega_{pi} \quad \text{mit } \omega_{RF} = 2\pi f_{RF} \quad (\text{G 2.21})$$

Die Ionen reagieren somit nur auf ein zeitlich gemitteltes E-Feld, die mobileren Elektronen können hingegen dem Wechselfeld instantan folgen. Beispielsweise ergibt sich nach Gleichung (G 2.10) im Falle eines Argonplasmas mit einer Elektronendichte $n_e = 1 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ für die Grenzfrequenz der Elektronen etwa 900 MHz und für die Ionen etwa 3 MHz, so dass die Bedingung in (G 2.21) für eine Anregungsfrequenz $f_{RF} = 13,56$ MHz erfüllt ist.

Zwischen Plasmabulk und der jeweiligen Elektrode bildet sich eine Randschicht aus, deren Dicke s_1 und s_2 sich entsprechend der angelegten Hochfrequenzspannung f_{RF} ändert (Abb. 2.4). Die über eine Schwingungsperiode gemittelte Schichtdicke $(s_1 + s_2)/2 = \bar{s}$ ist aus Symmetriegründen für beide Elektroden gleich und deutlich größer als die Debye-Länge [Stroth, 2011]. Während das Plasma quasineutral ist, überwiegt in den Randschichten die Ionendichte, so dass die Quasineutralität verletzt wird (vgl. „Plasma-Randschicht“ auf Seite 26).

Während das Plasma-Potential V_p bei einem elektrisch isolierten Objekt oder DC-Plasma zeitlich und räumlich konstant ist, oszilliert es in dem hier geschilderten Fall entsprechend mit der angelegten Hochfrequenzspannung f_{RF} . Die Potentialdifferenz zwischen Plasma- und Floatingpotential ($V_p - V_f$, vgl. Abb. 2.3) entspricht dem sog. Randschicht-Potential. Durch dieses Potential werden Elektronen im Plasma eingeschlossen, da nur wenige ausreichend Energie besitzen, um die negative „Potentialbarriere“ zu überwinden und zu einer Elektrode zu gelangen. Positives Teilchen wie Kationen werden dagegen im Randschicht-Potential beschleunigt. Der resultierende zeitlich gemittelte Potentialverlauf zwischen den beiden Elektroden ist in Abb. 2.4 oberhalb dargestellt. Die Potentiale V_1 und V_2 an den jeweiligen Elektroden sind symmetrisch bzw. entsprechen dem positiven Randschicht-Potential V_s bezüglich Masse.

Das Heizen eines Plasmas erfolgt bei den bisher genannten Anregungsarten in zwei Schritten, die nicht zwingend räumlich und zeitlich zugleich ablaufen müssen. Beim ersten Schritt werden freie Elektronen in elektrischen Feldern beschleunigt. Im zweiten Schritt erfolgt dann aufgrund von Kollisionen eine Isotropisierung der Bewegungsrichtungen der Elektronen untereinander sowie eine Anregung und Ionisation von Neutralteilchen [Keudell, 2018]. Bei einer kapazitiven RF-Gasentladung wird dem Plasma einerseits über die sog. Ohm'sche Heizung Energie zugeführt. Dabei wird eine gerichtete Teilchenbewegung aufgrund von Stoßprozessen letztlich in ungerichtete thermische Bewegungen umgesetzt. Dieser Mechanismus spielt aber eher bei hohen Gasdrücken eine nennenswerte Rolle. Insbesondere bei niedrigen Gasdrücken kommt andererseits die sog. stochastische Heizung zum Tragen: Dabei werden

Elektronen an den oszillierenden Plasma-Randschichten reflektiert. Aufgrund der Stöße mit den zeitlich und räumlich sich ändernden Feldern kann ein Energieübertrag erfolgen. Damit die Elektronen letztlich einen Netto-Energiegewinn erfahren, ist es notwendig, dass sich die Phasenlage eines Elektrons bezüglich des oszillierenden Feldes nach einem Stoß mit der sich bewegenden Plasma-Randschicht ändert. Die Elektronen dürfen demzufolge nur in zufälliger Phasenlage auf die Randschicht auftreffen, daher die Benennung „stochastisch“ [Keudell, 2018].

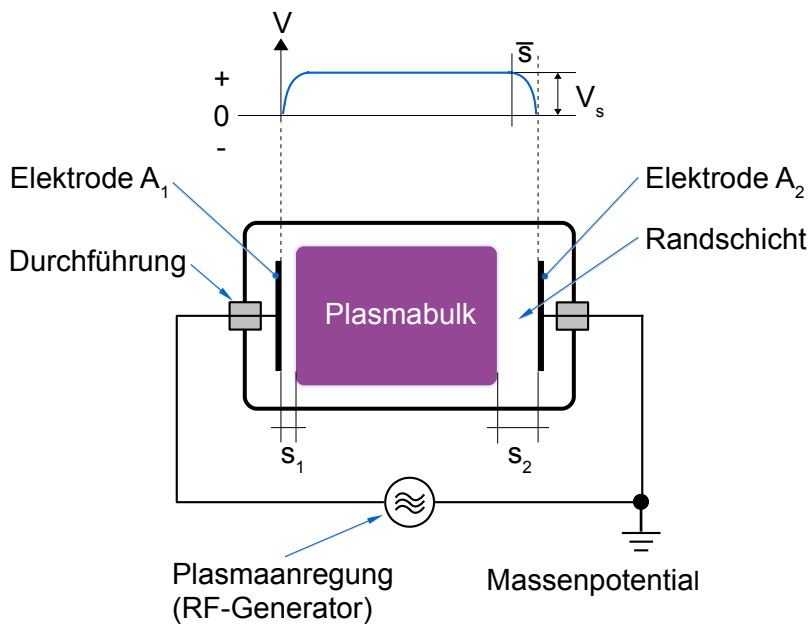


Abb. 2.4: Symmetrische RF-Gasentladung und zeitlich gemittelter Potentialverlauf zwischen den Elektroden, Erläuterung im Text

Bei einer Prozessanlage für z.B. reaktives Ionenätzen (siehe Abschnitt 2.3.2) oder wie bei der in dieser Arbeit genutzten PECVD-Prozessanlage der Fall, ist die Fläche und Form der beiden Elektroden nicht gleich gestaltet. In Abb. 2.5(a) ist das unterschiedliche Verhältnis vereinfacht dargestellt: die Arbeitselektrode mit der Fläche A_1 (auf der sich z.B. ein Substrat befindet) ist wesentlich kleiner als die auf Massenpotential liegende Gegenelektrode mit der Fläche A_2 bzw. die Innenwand der Vakuumkammer.

Wenn die Arbeitselektrode kleiner ist als die umgebende Gegenelektrode ist ($A_1 < A_2$), erhöht sich aufgrund der veränderten Flächen gemäß [Köhler et al., 1985] nur das Plasmapotential gegenüber Masse, nicht jedoch die Symmetrie des Potentialverlaufs. Wird nun ein Kondensator zwischen Arbeitselektrode und RF-Generator eingefügt, so können Ladungen nicht mehr kontinuierlich von oder zu ihr fließen (daher auch „Block-Kondensator“ genannt). Solch ein passives Bauelement ist für gewöhnlich auch Bestandteil einer Impedanzanpassung, wie in Abschnitt 4.9 gezeigt. Aufgrund der unterschiedlichen Elektrodenoberflächen würde sich nun der jeweilige Fluss von Elektronen und Ionen ändern. Für das quasi-neutrale Plasma besteht nur die Möglichkeit, entsprechend unterschiedliche Randschicht-Potentiale auszubilden, damit der gesamte Ladungsfluss insgesamt null bleibt. Als Konsequenz lädt sich die Arbeitselektrode elektrisch negativ auf – bis ausreichend viele Elektronen abgestoßen werden, um diese Bedingung zu erfüllen. Das daraus resultierende Gleichspannungspotential V_b ist in Abb. 2.5(b) zu sehen, wobei der Potentialverlauf zwischen den beiden Elektroden zeitlich gemittelt ist. Dieses Potential wird Selbstvorspannung (engl. self-bias) genannt und kann u.a. in Abhängigkeit von der angelegten Hochfrequenzspannung f_{RF} sowie dem Verhältnis der Elektrodenoberflächen A_1 und A_2 einige hundert Volt betragen. Mit Hilfe des „self-biasing“ können auch dielektrische Materialien auf der Arbeitselektrode behandelt werden, da Ionen aus dem Plasma in diese Richtung beschleunigt werden. Das maximale Potential ergibt sich dabei aus der Summe von V_p und V_b . Das Plasmapotential V_p kann näherungsweise vernachlässigt werden, da es oftmals wesentlich kleiner als V_b ist.

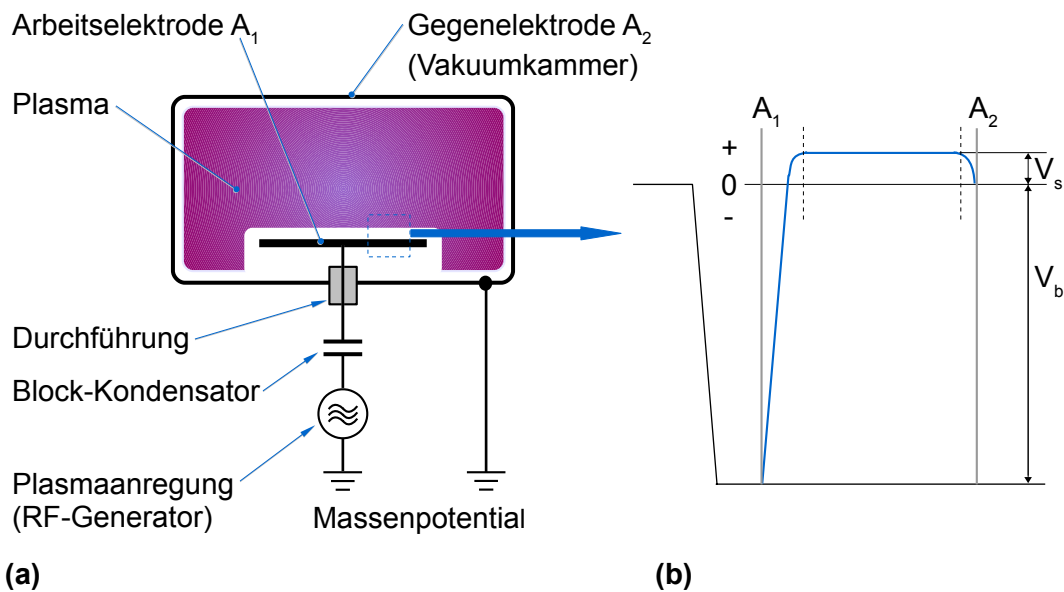


Abb. 2.5: Schematischer Aufbau einer Plasmaprozessanlage, (b) Potentialverlauf zwischen den beiden Elektroden, nach [Konuma, 1992], Erläuterung im Text

Die Randschichtpotentiale $V_{s,1}$ und $V_{s,2}$ an der Arbeitselektrode bzw. Gegenelektrode sind umgekehrt proportional zum Verhältnis der Elektrodenflächen A_1 und A_2 [Raizer et al., 1995]:

$$\frac{V_{s,1}}{V_{s,2}} = \left(\frac{A_2}{A_1} \right)^q \quad (\text{G 2.22})$$

Im Idealfall ergibt sich für den Exponenten q ein Wert von 4 [Konuma, 1992]. Je nach experimenteller Bedingung liegt er jedoch deutlich darunter. In [Lieberman, 2005] wird z.B. ein Wert von $q \leq 2,5$ angegeben, in [Raizer et al., 1995] sogar nur etwa 1 bis 1,4.

Neben der Gasart hängt die Selbstvorspannung U_{bias} auch von der eingekoppelten HF-Leistung P_{RF} und dem Arbeitsdruck p ab, wobei der Vorfaktor k von diversen Parametern wie z.B. den jeweiligen Elektrodenflächen bestimmt wird [Robertson, 1992]:

$$U_{bias} = k \sqrt{\frac{P_{RF}}{p}} \quad (G 2.23)$$

Mit dem bei der PECVD-Anlage eingesetzten Hochfrequenzgenerator (siehe Abschnitt 4.9) ist es nicht nur möglich, eine bestimmte Leistung zu wählen, sondern das Gerät kann optional eine eingestellte Selbstvorspannung auch automatisch einregeln.

Eine limitierende Eigenschaft von RF-Gasenladungen besteht darin, dass die Ionenenergie und der Fluss des Ionenbombardments nicht unabhängig voneinander variiert werden können. Weiterhin liegt die typische Plasmadichte bei einem sog. RF-Diodentyp zwischen 10^9 bis 10^{11} cm^{-3} , bei Mikrowellen geheizten Plasmaquellen meist eine Größenordnung höher („high-density source“, [Lieberman, 2005]). Analog verhält es sich beim erzielbaren Ionisationsgrad X : Beim RF-Diodentyp liegen die Werte zwischen $10E-6$ und $10E-3$, beim Typ „high-density source“ hingegen erstreckt sich der Ionisationsgrad von $10E-4$ bis $10E-1$.

2.2.2 ECR-Gasentladung

In diesem Abschnitt wird das Grundprinzip einer ECR-Anregung⁸ näher betrachtet; im Abschnitt 4.10 werden dazu die realen Komponenten kurz erläutert. Bereits mit Hilfe eines Wellenfeldes wie Mikrowellenstrahlung ist es möglich, dichte Niederdruckplasmen zu erzeugen. Wird diese Energieeinkoppelung mit einem statischen Magnetfeld kombiniert, so lassen sich noch höhere Plasmadichten erzielen. Der Arbeitsdruck liegt bei prozesstechnischen ECR-Plasmaquellen typischerweise zwischen ca. 0,5 bis 10 Pa. Bei höheren Drücken verringert sich die mittlere freie Weglänge soweit, dass eine ECR-Gasentladung nicht mehr effektiv ist und in eine normale Mikrowellenentladungen übergeht. Für die in dieser Arbeit genutzte PECVD-Anlage wird ein Arbeitsdruck zwischen 2 und 10 mTorr erwähnt [EqMan1].

In Abb. 2.6 ist der grundlegende Mechanismus dargestellt, wie sich die kinetische Energie eines Elektrons erhöhen und somit ein Plasma effektiv heizen lässt [Lieberman, 2005]. Wenn eine linear polarisierte Mikrowellenstrahlung in eine Vakuumkammer eingekoppelt wird, so kann sie als Summe einer rechts zirkular polarisierten (RZP) und links zirkular polarisierten (LZP) elektromagnetischen Welle dargestellt werden. Bei Annahme eines sinusförmigen stationären Zustands, bei dem die einfallende Welle entlang \hat{x} polarisiert ist und die komplexe Amplitude E_x als reell angenommen wird

$$\vec{E}(\vec{r}, t) = \Re[\hat{x} E_x(\vec{r}) e^{j\omega t}] \quad (G 2.24)$$

ergibt sich für diese Darstellung:

$$\hat{x} E_x = (\hat{x} - j\hat{y}) E_{RZP} + (\hat{x} + j\hat{y}) E_{LZP} \quad (G 2.25)$$

⁸ engl. Abkürzung für electron cyclotron resonance, zu dt. Elektron-Zyklotron-Resonanz (EZR)

Hierbei sind \hat{x} und \hat{y} die Einheitsvektoren entlang der x- und y-Richtung, E_{RZP} und E_{LZP} bezeichnet die Amplituden der rechts bzw. links zirkular polarisierten Welle, wobei gilt: $E_{RZP} = E_{LZP} = E_x/2$. Die Welle propagiert parallel zum statischen Magnetfeld, in der Abbildung zeigt dabei dessen Vektor in die Zeichenebene. Der elektrische Feldvektor der rechts zirkular polarisierten Welle (E_{RZP}) rotiert somit im Uhrzeigersinn um den Magnetfeldvektor mit der Kreisfrequenz ω , bei der links zirkular polarisierten Welle (E_{LZP}) ist die Drehrichtung gegenläufig, vgl. Abb. 2.6 (a) und (b). Ein freies Elektron gyriert in einem solchen, homogenen Magnetfeld ebenfalls im Uhrzeigersinn. Die Kreisfrequenz ω_{ze} der resultierenden Zyklotronbewegung hängt dabei maßgeblich von der Flussdichte B des Magnetfeldes und der Elektronenmasse m_e ab:

$$\omega_{ze} = e_o \frac{B}{m_e} \quad (G 2.26)$$

Im resonanten Falle $\omega = \omega_{ze}$ wird das Elektron durch eine rechts zirkular polarisierte Welle entlang seiner Umlaufbahn kontinuierlich mit der Kraft $-e_o E_{RZP}$ beschleunigt, was zu einem stetigen Zuwachs (engl. gain) an transversaler Energie führt, Abb. 2.6(a). Auf diese Weise kann das Elektron eine ausreichend hohe Energie erhalten, um durch eine Kollision freie Radikale zu erzeugen oder Neutralteilchen zu ionisieren. Bei einer links zirkular polarisierten Welle tritt hingegen nur eine oszillierende Kraft auf, so dass das Elektron im Mittel keinen Energiezuwachs erfährt, Abb. 2.6(b).

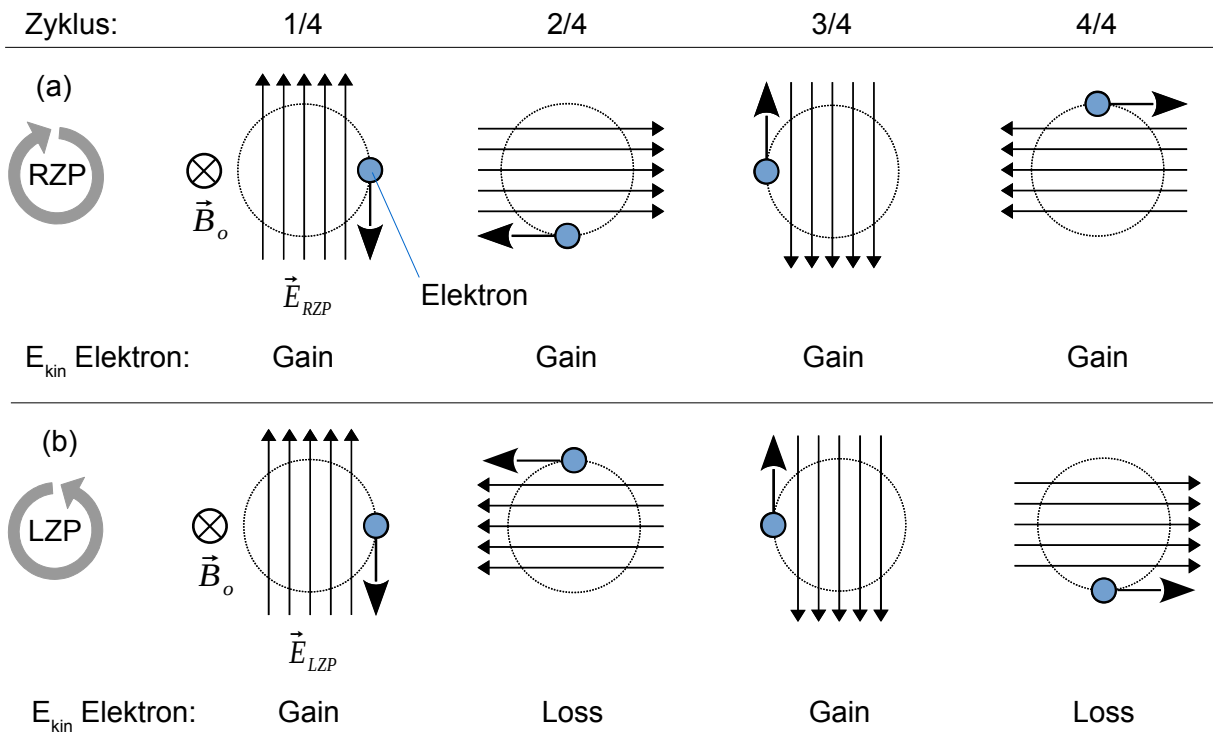


Abb. 2.6: Grundprinzip der ECR-Heizung nach [Lieberman, 2005], Erläuterung im Text

Bei der ECR-Anregung wird somit nur eine rechts zirkular polarisierte Welle resonant absorbiert. Bei einer Prozessanlage wird oft ein sog. Modenkonverter vor dem dielektrischen Eintrittsfenster verwendet, um vor dem Einkoppeln eine transversale Hohlleitermode in eine zirkuläre Mode umzuwandeln. Manche Hersteller nennen einen solchen Konverter auch (engl.) „plasma coupler“ [EqMan1].

Für den Betrieb einer ECR-Plasmaquelle wird häufig ein Magnetron eingesetzt, das Mikrowellenstrahlung z.B. mit einer Frequenz von $f_{\text{MW}} = \omega_{\text{MW}}/(2\pi) = 2,45 \text{ GHz}$ liefert (und konform mit dem ISM-Band ist). Um die ECR-Bedingung für diese Frequenz zu erfüllen, ist nach Gleichung (G 2.26) eine magnetische Flussdichte $B = 87,5 \text{ mT}$ erforderlich. Das Magnetfeld wird typischerweise mit Hilfe eines Elektromagneten erzeugt. Die Resonanzzone kann sich dabei innerhalb des Magnetjochs befinden, vgl. Abschnitt 4.10. Ein kleiner Anteil des dort erzeugten Plasmas diffundiert (Radikale) und/oder strömt (Ionen) entlang der divergent verlaufenden Magnetfeldlinien in Richtung Vakuumkammer, wo sich z.B. ein Substrat befindet, siehe Abb. 4.2.

2.3 Niederdruckplasmen - Prozesse und Eigenschaften

In diesem Kapitel werden zwei grundlegende Verfahrensklassen umrissen, die sich mit Hilfe von Niederdruckplasmen erschließen lassen: ein Abscheiden und Wachstum von dünnen Schichten auf einem geeigneten Untergrund (z.B. Substrat) sowie ein kontrollierter Materialabtrag durch Trockenätzen.

Je nach Fertigungsablauf kann ein Verfahren auch wiederholt angewandt werden, wie z.B. das Abscheiden von Schichten unterschiedlicher Zusammensetzung. Um eine Schicht oder ein Substratmaterial selektiv zu entfernen, wird ein geeigneter Ätzprozess angewandt. Mit Hilfe einer vorher aufgetragenen Ätzmaske kann durch diesen Prozess auch eine definierte Struktur im darunter liegenden Material erzeugt werden, wie z.B. Mulden oder Stege im Mikrometermaßstab [KöhlerM, 1998]. Ebenso ist auch eine plasmabasierte Behandlung eines Substrats vor der Beschichtung möglich, um z.B. unerwünschte Kontaminationen zu entfernen. Weiterhin kann durch ein „sanftes“ Trockenätzen eine Oberflächenmodifikation erfolgen. Bei diesem sog. Aktivieren werden u.a. freie Radikalstellen auf der Materialoberfläche erzeugt. Auf diese Weise ist sogar ein Polymer wie PTFE („Teflon“) verklebbar!

Die abwechselnde Anwendung beider Verfahrensklassen kann letztlich auch der Herstellung von komplexen Mikrostrukturen dienen, wie z.B. von sog. MEMS, engl. **Micro-Electro-Mechanical Systems** [Fischer, 2000]. Allgemein werden in der Halbleiterindustrie sehr umfangreich plasmabasierte Prozesse zur Massenfertigung von elektronischen und mechanischen Komponenten genutzt (ICs, Sensoren, Solarzellen, Displays, etc.). Des Weiteren werden Plasmaprozesse in Industrie und Labor verwendet, um tribologische oder protektive Schichten herzustellen, beispielsweise aus DLC [Grill et al., 1993]. Im Bereich der Schichtabscheidung werden auch Materialien wie Kohlenstoffnanoröhren rege untersucht. Beispielsweise sog. VA-CNT⁹ lassen sich mit Hilfe der PECVD auf Oberflächen kontrolliert auswachsen [Melechko, 2005; Ostrikov/Xu, 2007].

2.3.1 Schichtabscheidung mittels Niederdruckplasmen

Zur Herstellung von dünnen Schichten¹⁰ wird häufig die chemische Dampfphasenabscheidung angewandt, engl. **chemical vapour deposition** (kurz: CVD). Hierbei wird ein gasförmiger oder verdampfbarer Ausgangsstoff in eine Prozesskammer geleitet, in der sie z.B. auf einem Substrat chemisch zu einer neuen Verbindung reagiert [Spencer, 1994]. Für die Reaktion muss dem Ausgangsstoff ausreichend Energie zugeführt werden, wofür typischerweise zwei Prinzipien angewandt werden.

⁹ Abkürzung für engl. vertically aligned carbon nanotubes

¹⁰ typischerweise 1-100 Mikrometer

1. Thermisch gestützte CVD

Bei der thermisch gestützten CVD wird die erforderliche Aktivierungs- oder Reaktionsenergie ΔE über eine hohe Substrattemperatur in einem Bereich von 400 bis 2000 °C bereitgestellt [Fischer, 2000]. Üblicherweise stellt die Prozesskammer oder der „Reaktor“ einen beheizten, gasdichten Rohrofen dar. Bei der Reaktion des Ausgangsstoffes auf der Substratoberfläche bildet sich nicht nur die gewünschte Verbindung, sondern es entstehen typischerweise auch flüchtige Nebenprodukte, die dann kontinuierlich abgepumpt werden. Beispielsweise lässt sich eine solche Zersetzungsreaktion an der Oberfläche von einem molekularen Ausgangsstoff AB in eine feste Verbindung A und ein gasförmiges Nebenprodukt B wie folgt formulieren (g=gasförmig, f=fest):



Weiterhin ist auch eine Reduktions- oder Oxidationsreaktion möglich [Pupp et al., 1991]:



Liegt ein Ausgangsstoff bei Raumtemperatur in flüssiger Form vor, so muss er vor dem Einleiten in den CVD-Reaktor verdampft werden. Allgemein läuft die Schichtbildung an der Oberfläche in folgenden Teilschritten ab [Fischer, 2000]:

- Diffusion der gasförmigen Neutralteilchen zum Substratmaterial
- Adsorption der Reaktionsgaskomponenten
- Ablauf der Oberflächenreaktion (siehe Beispiele oben)
- Oberflächendiffusion der festen Reaktionsprodukte sowie Anlagerung
- Desorption der gasförmigen Nebenprodukte
- Abtransport der gasförmigen Nebenprodukte im Gasstrom (Abpumpen)

2. Plasmaunterstützte CVD

Die Energiezufuhr erfolgt bei der plasmaunterstützten CVD¹¹ mit Hilfe eines Niederdruckplasmas, engl. **plasma enhanced chemical vapour deposition** (kurz: PECVD), [Konuma, 1992]. Wie bereits im Kapitel 2.2 erläutert, bieten sich für die Erzeugung und Aufrechterhaltung einer solchen Gasentladung unterschiedlichste Anregungsformen an (DC, RF, MW, ECR). Obwohl die „klassisch“ thermisch gestützte CVD mit relativ geringem Aufwand möglich ist und z.B. spannungsarme Beschichtungen liefert, kann die erforderliche teils sehr hohe Prozesstemperatur eine nachteilige Belastung für ein Substrat darstellen.

11 in der Literatur sind auch gebräuchlich: plasma-gestützte / -chemische / -aktivierte CVD

Dagegen besitzt ein Niederdruckplasma naturgemäß eine deutlich geringe Temperatur, vgl. Gleichung (G 2.3). Damit fällt auch eine thermische Belastung für ein Substrat üblicherweise niedrig aus, so dass mitunter sogar Polymere einem PECVD-Prozess ausgesetzt werden können. Ebenso können auch Materialien abgeschieden werden, die selbst temperaturempfindlich sind. Wie bei der „klassischen“ CVD werden die gasförmigen oder verdampften Ausgangsstoffe in eine Prozesskammer geleitet. Allerdings erfolgt die Zufuhr einer Reaktions- oder Aktivierungsenergie bereits im Plasma z.B. mittels inelastischer Elektronenstöße. Dadurch muss das Substrat nicht zwingend auf eine hohe Temperatur gebracht werden, sondern die angeregten oder reaktiven Teilchen (Molekülfragmente oder Radikale des Ausgangsstoffs) können bereits bei Raumtemperatur chemisch zu einer neuen Verbindung reagieren. An der Oberfläche kann eine zusätzliche Energiezufuhr auch durch hochenergetische Teilchen (z.B. Ionenbeschuss) erfolgen, die eine Reaktion unterstützen bzw. insbesondere ein Schichtwachstum gezielt beeinflussen.

Falls hochenergetische Teilchen einen Beschichtungsprozess in erhöhtem Maße belasten, kann der Ort der Plasmaerzeugung räumlich von dem Substrat getrennt werden [Fischer, 2000]. Diese sog. Remote-Methode lässt sich mit jener Prozessanlage nutzen, die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzt wurde (siehe Kapitel 4). Diese Anlage beinhaltet dafür eine ECR-Plasmaquelle sowie einen RF-Generator, mit dem über die Arbeitselektrode das entfernt befindliche ECR-Plasma zusätzlich angeregt werden kann. Auf diese Weise ist z.B. möglich, die Plasmadichte nahezu unabhängig von einer Selbstvorspannung einzustellen und somit Einfluss auf ein Schichtwachstum, etc. zu nehmen.

Allgemein lässt sich die Herstellung einer dünnen Schicht mittels PECVD in drei wesentliche Phasen gliedern:

1. Erzeugung der beschichtungsrelevanten Spezies im Plasma (z.B. freie Radikale)
2. Transport dieser Spezies von der Plasmaquelle zum Substrat (Diffusion, gerichtete Bewegung)
3. Adsorption der Spezies auf der Substratoberfläche und anschließendes Schichtwachstum

Mechanismus bei einer Schichtherstellung mittels PECVD (Beispiel)

Im Rahmen dieser Arbeit wurden u.a. dünne Schichten aus wasserstoffreichen amorphem Kohlenstoff hergestellt (a-C:H), siehe Kapitel 8. Insbesondere bei einem solchen PECVD-Prozess werden aus Methan (CH_4) im ECR-Plasma durch eine inelastische Elektronenstoß-Dissoziation zahlreiche Methyl-Radikale erzeugt ($\cdot\text{CH}_3$), analog zu Reaktionsgleichung (G 2.18). Diese Radikale stellen eine essentielle und dominierende Vorstufe (engl. precursor) für die Bildung von z.B. Schichten aus a-C:H dar [Keudell, et. al, 1998; Pecher et al., 1998]. Nähern sich die Methyl-Radikale einer Substratoberfläche, so werden sie zunächst nur durch Physisorption schwach gebunden. Sie verweilen dort solange, bis sie durch eine thermische Aktivierung wieder desorbieren oder an einer offenen Bindung an der Oberfläche letztlich durch Chemisorption fest gebunden werden [Keudell, et. al, 1998]. Diese offenen Bindungsstellen können während der Schichtabscheidung durch einen Ionenbeschuss entstehen (z.B. Protonen).

Auch wenn die erzielbaren Schichten mit einem ECR-Plasma typischerweise weniger uniform sein können als bei einer Deposition mit einem RF-Plasma, so liegt die Abscheidungsrate im ersten Fall häufig ein bis zwei Größenordnungen höher.

2.3.2 Trockenätzen mittels Niederdruckplasmen

Ein Ätzverfahren wird allgemein dazu genutzt, um ein Material kontrolliert von einer Oberfläche abzutragen. Dabei kann es Ziel sein, eine Materialschicht gleichmäßig und selektiv zu entfernen, um z.B. einen nachfolgenden Prozessschritt zu ermöglichen. Ein Fertigungsziel kann auch darin bestehen, mit Hilfe von schützenden Maskierungsschichten eine definierte Struktur aus dem Material herauszuarbeiten, wie z.B. Vertiefungen (Mulden, Kanäle). Ein Ätzprozess lässt sich auf nasschemischem Wege durchführen (Säuren, Laugen, etc.) oder mittels Trockenätzverfahren, bei dem ein gasförmiges Medium ein abzutragendes Material in eine flüchtige Verbindung überführt.

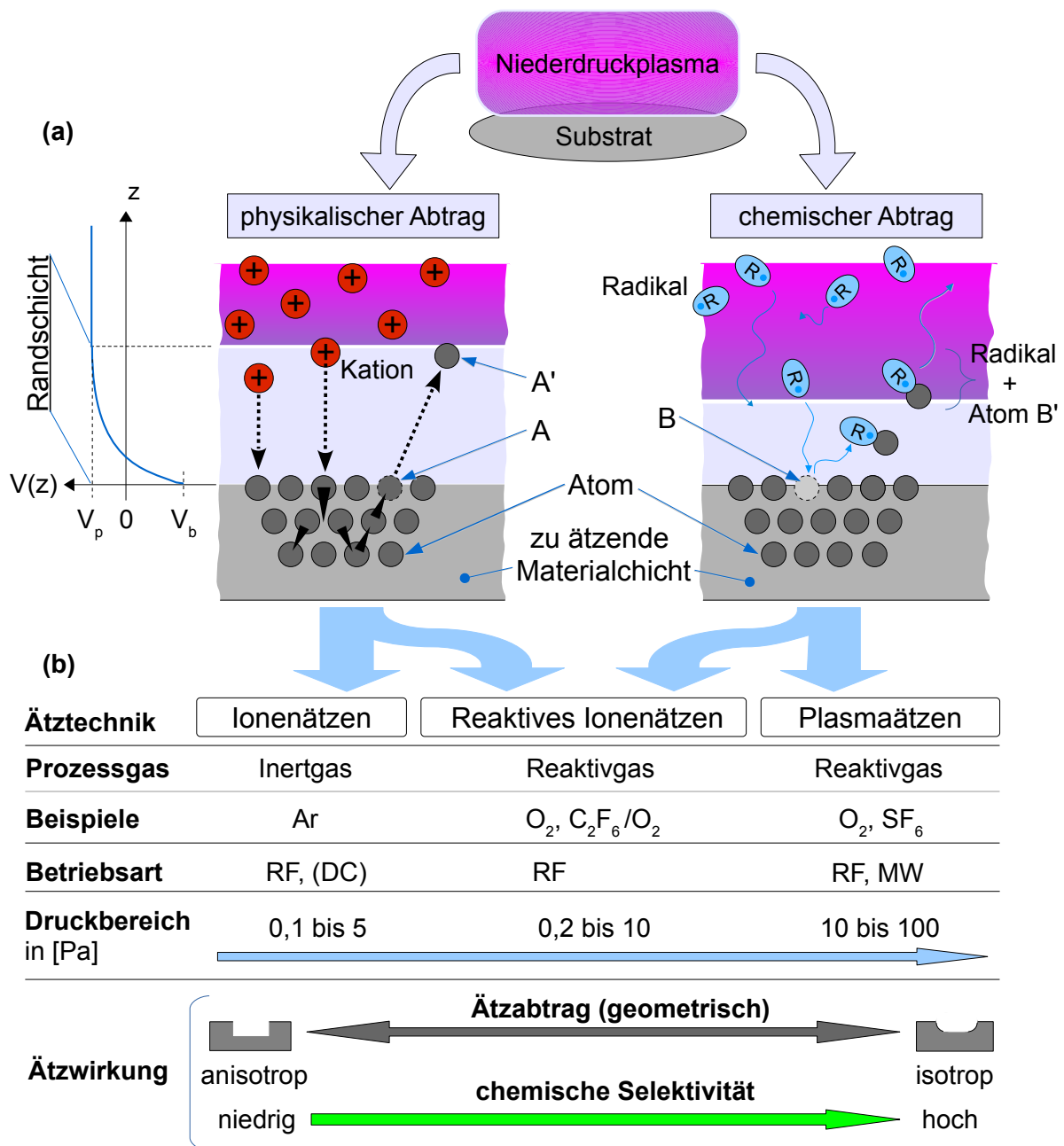


Abb. 2.7: (a) Grundlegende Ätzmechanismen beim plasmabasierten Trockenätzen, (b) Vergleich von drei Ätztechniken, Erläuterung im Text

Während beim nasschemischen Ätzen üblicherweise eine laterale Strukturauflösung bis etwa einem Mikrometer erzielbar ist, eignet sich das Trockenätzen sehr gut für eine subtraktive Strukturierung bis in den Nanometerbereich. Bei Trockenätzverfahren ist es wiederum möglich, ein von Natur aus reaktives Gas (z.B. Chlor) zu nutzen oder einen gasförmigen Ausgangsstoff z.B. thermisch zu aktivieren [KöhlerM, 1998]. Eine weitere oft angewandte „Aktivierungsmethode“ ist das plasmabasierte Trockenätzen. Hierbei wird mit Hilfe eines Niederdruckplasmas ein meist chemisch neutrales Gas in eine reaktive Form überführt, die für den Prozess geeignet ist. Dies eröffnet eine große Vielfalt an verwendbaren Gasen, verdampfbaren Medien sowie daraus resultierenden Gemischen. Da insbesondere das plasmabasierte Trockenätzen eine sehr umfangreiche Thematik darstellt, wird im folgenden nur ein vereinfachter Überblick zu drei wesentlichen Ätztechniken gegeben, die sich u.a. mit der in dieser Arbeit eingesetzten PECVD-Prozessanlage anwenden lassen.

In Abb. 2.7 ist im oberen Bereich (a) skizziert, in welcher Form sich ein Niederdruckplasma für einen Trockenätzprozess nutzen lässt, der im Wesentlichen auf einem physikalisch oder chemisch wirkenden Mechanismus basiert. Im unteren Bildbereich (b) wird vergleichend gezeigt, welche Ätztechniken daraus resultieren können. Die Angaben zum Druckbereich in der Tabelle basieren auf [KöhlerM, 1998] und gelten insbesondere für HF-angeregte Plasmen.

Wie in Abb. 2.7(a) links dargestellt, werden beim **physikalisch wirkenden Mechanismus** positive Teilchen aus dem Plasma in der Randschicht in Richtung des zu ätzenden Materials beschleunigt; der Einfachheit halber sind als relevante Teilchen nur Kationen eingezeichnet. Die Kationen treffen mit hoher kinetischer Energie auf die Materialoberfläche. Ein Teil dieser Energie wird dabei auf die nächstgelegenen Atome übertragen. Dadurch wird eine mechanische Stoßkaskade ausgelöst (schwarze Dreiecke), so dass auch tiefer und umliegende Atome im Gitter einen Impuls erhalten können. Die Stoßprozesse und induzierten Schwingungen können partiell bis zu einem oberflächennahen Atom A reichen. Wenn die kinetische Energie des Atoms A' die materialabhängige Bindungsenergie übersteigt, kann es aus der Oberfläche herausgelöst werden. Es tritt dann in die Gasphase über und wird mittels Pumpsystem entfernt.

Ab welcher Energie ein Atom herausgelöst wird, hängt vom Material ab und wird auch als „Sputterschwelle“ bezeichnet. Durch Einstellen einer bestimmten Selbstvorspannung (bzw. eines Self-Bias-Potentials V_b) können Ionen in der Randschicht auf kinetische Energien zwischen 0,1 bis 1 keV beschleunigt werden [KöhlerM, 1998]. Da die „Sputterschwelle“ typischerweise bei 5 bis 40 eV liegt, lässt sich prinzipiell jedes Material mittels physikalisch wirkendem Mechanismus ätzen oder im Oberflächenbereich modifizieren.

Wie der Abb. 2.7(b) zu entnehmen ist, basiert das Ionenätzen¹² auf diesem Mechanismus, engl. ion etching (kurz: IE). Als Prozess- oder Arbeitsgas wird sehr häufig Argon eingesetzt (vgl. Tabelle 8.1). Es ist chemisch inert, relativ kostengünstig und lässt sich leicht ionisieren. Zudem besitzt Argon eine ausreichend hohe Masse (ca. 40 u), damit ein Impulsübertrag auf zahlreiche Elemente im Material effektiv erfolgen kann. Stickstoff ist hingegen nicht zu empfehlen, da es mit dem zu ätzenden Material ggf. reagieren kann (z.B. Bildung von Nitriden). Der Druckbereich liegt typischerweise zwischen 0,1 und 5 Pa, wodurch die mittlere freie Weglänge der Teilchen bestimmt wird (auch abhängig von der Gasart bzw. dem Wirkungsquerschnitt σ_0).

12 auch als Sputterätzen bezeichnet

Im Falle von Argon liegt die Weglänge λ_0 bei einem Druck von z.B. 1 Pa bei etwa 6 mm, so dass auch Kationen in der Randschicht „kollisionsfrei“ beschleunigt werden können. Liegt der Druck zu niedrig, kann z.B. eine DC-Gasentladung nicht mehr aufrecht erhalten werden. Wenn der Druckbereich zu hoch ist, nimmt die Stoßwahrscheinlichkeit eines Kations mit einem anderen Teilchen zu. Dies wirkt sich nicht nur (nachteilig) auf die erzielbare kinetische Energie aus, sondern auch auf die Ätzwirkung, siehe Abb. 2.7(b) unten. Da die elektrischen Feldlinien senkrecht zur Oberfläche stehen, werden Kationen parallel dazu auf das Material beschleunigt. Durch die gerichtete Teilchenbewegung ist mit Hilfe einer schützenden Maskierungsschicht ein anisotroper Ätzabtrag möglich, beispielsweise die Herstellung eines Kanals mit senkrechtem Flankenbereich (hohes Aspektverhältnis). Da ein inertes Prozessgas eingesetzt wird, ist die chemische Selektivität gegenüber dem zu ätzendem Material entsprechend niedrig bzw. der Ätzabtrag wird maßgeblich durch die Sputterschwelle bestimmt. Auf diese Weise lässt sich sogar eine Diamantschicht mit einem Argonplasma anisotrop ätzen [KöhlerM, 1998].

Beim **chemisch wirkenden Ätzmechanismus**, siehe Abb. 2.7(a) rechts, werden bei geeigneter Wahl eines Prozessgases zahlreiche chemisch reaktive Teilchen im Niederdruckplasma erzeugt. Vorzugsweise sind dies freie Radikale, die z.B. entsprechend der Reaktionsgleichung (G 2.18) gebildet werden. Da sie durch Diffusionsprozesse zur Materialoberfläche gelangen und bei den relativ niedrigen Drücken lange Zeit reaktiv bleiben, kann sich die Plasmaquelle auch weiter entfernt von dem Material befinden. An der Oberfläche des zu ätzenden Materials reagiert ein freies Radikal mit einem Atom B. Entscheidend ist, dass eine neue Verbindung gebildet wird, die von der Oberfläche desorbieren kann. Diese flüchtige Verbindung (Radikal+Atom B') tritt dann in den Gasraum über und kann abgepumpt werden; in der Skizze ist das entfernte, „weggeätzte“ Atom B als helle Stelle gekennzeichnet.

Wie in der Abb. 2.7(b) zu sehen, basiert das (chemische) Plasmaätzen auf diesem Mechanismus, engl. plasma etching (kurz: PE). Die Wahl eines Prozessgases oder Gasgemisches ist hierbei äußerst relevant und hängt spezifisch vom Material ab, das ätztechnisch behandelt werden soll. Insofern das Material homogen beschaffen und die Ätzrate in alle Raumrichtungen gleich ist, ermöglicht das chemische Plasmaätzen einen isotropen Ätzabtrag. Dabei kann auch die Selektivität in hohem Maße beeinflusst werden. Bei kontrollierter Unterätzung einer schützenden Maskierungsschicht können z.B. Vertiefungen mit runden Flankenbereichen hergestellt werden, siehe graue Skizze in Abb. 2.7(b) unten rechts.

Im typischen Druckbereich zwischen 10 und 100 Pa liegt eine hohe Neutralteilchendichte vor und damit auch eine hohe Erzeugungsrate von Radikalen. Als Anregungsart werden häufig RF-Wechselfelder oder Mikrowellen eingesetzt, die in einem separaten Gasentladungsraum die reaktiven Teilchen erzeugen, im ersten Fall z.B. in sog. Tunnelreaktoren. Da beim Plasmaätzen das Prozessgas bei chemischen Reaktionen kontinuierlich umgesetzt wird, ist ein ausreichender Gasfluss ebenso wichtig wie ein Abpumpen von desorbierten Reaktionsprodukten. Andernfalls kann sich ein Reaktionsgleichgewicht nachteilig verschieben und die erzielbare Ätzrate nimmt ab. Auch Nebenreaktionen können auftreten, die z.B. eine Deposition von ätzresistenten Verbindungen auf der Substratoberfläche zur Folge haben.

Als Reaktivgas wird oft Sauerstoff verwendet, um organische oder vor allem kohlenwasserstoffhaltige Verbindungen von einer Oberfläche selektiv zu entfernen; geringe Anteile von fluorhaltigen Gasen können dabei die Ätzrate effektiv steigern. Beispielsweise ist möglich, fett- oder öltartige Kontaminationen durch Plasmaätzen auf „kaltem“ Wege oxidativ in flüchtige Verbindungen wie H_2O , CO und CO_2 umzusetzen.

Ebenso lassen sich Polymere wie Fotolacke¹³ (z.B. Novolak, SU-8) schonend entfernen, die einem vorhergehenden Prozess als schützende Maskierungsschicht gedient haben. Der Ätzfortschritt lässt sich insbesondere beim sog. Fotolackveraschen gut einschätzen, indem der Partialdruck der Reaktionsprodukte mit Hilfe eines Restgasanalysators beobachtet wird (vgl. Abschnitt 4.7.4). Alternativ oder zusätzlich ist auch ein „process monitoring“ über charakteristische Linienspektren von Kohlenstoff-Ionen bzw. kohlenstoffhaltigen Abbauprodukten möglich (OES).

Ein fluorhaltiges Reaktivgas wie SF_6 wird oft verwendet, um Silizium isotrop zu ätzen. Dabei bildet sich flüchtigem SiF_4 , das nicht nur abgepumpt, sondern auch in einem speziellen Filtersystem neutralisiert werden muss. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die PECVD-Anlage je nach Bedarf mit einem Sauerstoffplasma gereinigt, um u.a. unerwünschte DLC-Schichten auf der Arbeitselektrode zu beseitigen.

Die Vorzüge des **physikalisch und chemisch wirkenden Ätzmechanismus** lassen sich auch kombinieren, was mit dem reaktiven Ionenätzen erzielt wird, engl. reactive ion etching (kurz: RIE). Die bevorzugte Wirkungsweise eines Mechanismus kann durch den weiten Druckbereich von 0,2 bis 10 Pa beeinflusst werden. Auf diesem Wege ist es z.B. möglich, die Konzentration an freien Radikalen und die Wirkung eines Ionenbeschusses auf einen Prozess abzustimmen. Im Falle von Sauerstoff werden nicht nur Radikale erzeugt ($\cdot\text{O}$), sondern auch geladene Teilchen wie O^+ . Diese Kationen können analog zum Ionenätzen in der Randschicht (Abb. 2.7(a) rechts) beschleunigt werden und wechselwirken sowohl über Stoßprozesse als auch auf chemische Weise mit der Materialoberfläche. Zusätzlich besteht die Möglichkeit, einen solchen Ätzvorgang durch ungeladene Radikale zu unterstützen. Diffundieren Radikale in die Randschicht, so können sie durch Kollision mit Ionen hohe kinetische Energie erhalten und auf die Oberfläche auftreffen. Durch die Wahl der Plasmaerzeugung und Zufuhr geeigneter Reaktivgase und deren Gemische lassen sich die besonderen Merkmale des Ionen- und Plasmaätzen in einem weiten Prozessfenster variieren. Mit einem Gemisch aus $\text{C}_2\text{F}_6/\text{O}_2$ ist es z.B. möglich, eine Schicht aus SiO_2 selektiv und anisotrop zu ätzen [KöhlerM, 1998].

13 engl. photoresists

3. Grundlagen zu Laser-Ionen-Plasmen

3.1 Erzeugung von laserbasierten Plasmen

Wenn ein Laserstrahl auf einen Festkörper trifft, so wird je nach Materialeigenschaft, wie z.B. die Oberflächenbeschaffenheit, ein bestimmter Anteil der Strahlung absorbiert. Bei einem ausreichend intensiven Laserstrahl führt dies nicht nur zu einer lokalen Erwärmung und Verdampfung des Festkörpers, sondern auch zur Ionisation von oberflächennahen Atomen bzw. zur Erzeugung eines hoch dichten Plasmas. Dieses laserinduzierte Plasma expandiert von der Oberfläche des Festkörpers und kann mit dem Laserfeld auf unterschiedlichste Weise interagieren.

Welche Wechselwirkungen in einem solchen Plasma auftreten und unter welcher Bedingung ein Laserplasma erzeugt wird, hängt insbesondere von der Strahlungsleistung ab, mit welcher der Laser auf ein bestimmtes Volumen oder eine Oberfläche einwirkt. Im Falle einer Materialoberfläche wird dieser Einflussfaktor üblicherweise mit der Intensität I angegeben, Einheit $[\text{W}/\text{cm}^2]$. Folglich lässt sich bei einer konstanten Strahlungsleistung die Intensität erhöhen, indem ein Laserstrahl auf eine kleinere Fläche fokussiert wird. Maßgeblich bedingt durch Beugungseffekte sind bei realen Lasersystemen Fokusbereich von mindestens 10 bis 30 μm möglich¹⁴ [Gibbon, 2005]. Im Falle des Hochenergie-Lasersystems PHELIX¹⁵ sind Fokusbereich von einigen Mikrometern typisch.

Eine effektivere Möglichkeit zur Intensitätserhöhung ergibt sich aus der Erzeugung von Laserpulsen, bei denen eine bestimmte, verfügbare Laserenergie zeitlich „komprimiert“ wird. Beispielsweise wird bei einer Güteschaltung¹⁶ des Resonators die im Lasermedium gespeicherte Energie gezielt in Form eines einzigen Laserpulses „entladen“ [McClung et al., 1962]. Damit ist eine Pulsdauer von einigen Nanosekunden (FWHM) erzielbar und entsprechend eine Leistung im Megawattbereich [Eichler, 2010].

Mit Hilfe der Modenkopplung¹⁷ [Hargrove et al., 1964] lassen sich Laserpulse im Bereich von Nano- bis Femtosekunden erreichen. Dazu werden beim kontinuierlichen Laserbetrieb zahlreiche, longitudinale Moden mit unterschiedlicher Frequenz angeregt. Durch Überlagerung dieser phasengekoppelten Moden wird eine Folge von Pulsen mit extrem kurzer Dauer ausgesendet, wodurch ein kurzer Laserpuls resultiert [Treiber, 1985]. Je höher die Anzahl an Moden bzw. das Frequenzspektrum, desto kürzer wird folglich der entsprechende Laserimpuls.

14 bei Lasersystemen mit Lasermedium Nd:Glas, Wellenlänge 1053 nm oder 1064 nm

15 „Petawatt High Energy Laser for Heavy Ion Experiments“ am GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH

16 engl. q-switch

17 engl. mode locking

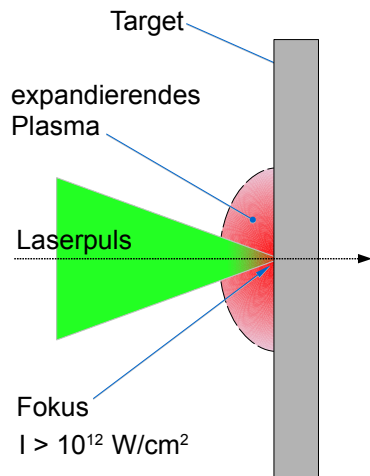
Eine äußerst effektive Methode zur Erzeugung von Laserpulsen hoher Intensität bietet die sog. *chirped pulse amplification* (engl., kurz: CPA), die von G. Mourou und D. Strickland eingeführt wurde [Strickland et al., 1985]. Hierfür wird ein Laserpuls (bzw. die entsprechende Energiedichte) mit Hilfe von Beugungsgittern räumlich gestreckt, danach mit einem Lasermedium verstärkt und schließlich mit weiteren Beugungsgittern komprimiert. Diese Methode wird vor allem bei Hochenergie-Lasersystemen genutzt, um Laserpulse mit einer Energie bis zu einigen hundert Joule und einer Dauer von einer Picosekunde und weniger zu realisieren [Gibbon, 2005]. Aufgrund der resultierenden Spitzenleistung im Petawattbereich können mit der CPA-Methode durch zusätzliche Fokussierung Laserintensitäten von 10^{21} W/cm^2 und mehr erzielt werden [Batha et al., 2008; Yu et al., 2012]. Bereits ab einer Intensität von 10^{18} W/cm^2 werden insbesondere Elektronen aufgrund ihrer geringen Masse m_e im Laserfeld auf kinetische Energie oberhalb $m_e c^2 > 511 \text{ keV}$ beschleunigt, weshalb ab dieser Grenze von einer relativistischen Laserintensität gesprochen wird.

Intensitätsschwellen für Ionisationsprozesse

Inwiefern ein Laserpuls mit einem Material wechselwirkt und dabei ein Plasma entstehen kann, hängt zunächst von der Oberflächenbeschaffenheit ab. Bei (sub-)mikroskopischer Betrachtung ist dies z.B. die Rauheit einer Fläche, darüber hinaus können Mikrostrukturen mit z.B. nadel- oder säulenförmiger Geometrie die Absorption von Licht ebenfalls signifikant beeinflussen (Beispiel: „Schwarzes Silizium“ [Liu et al., 2014]).

In höherem Maße wird die Bildung eines Plasmas jedoch von den Parametern eines Laserpulses bestimmt. Abgesehen von der Wellenlänge und Pulsdauer ist vor allem die Intensität ein relevanter Einflussfaktor für Wechselwirkungen von Laserstrahlung mit Materie. Je nach Intensitätsschwelle dominiert ein Effekt, der zur Ionisation von oberflächennahen Atomen führt. Existieren in einer Materialprobe Elektronen, die frei beweglich oder sehr schwach gebunden sind, können diese in einem intensiven Laserfeld beschleunigt werden. Erlangen diese Elektronen ausreichend kinetische Energie, werden durch Stoßprozesse weitere Elektronen aus Atomhüllen freigesetzt. Diese nehmen ihrerseits kinetische Energie im Laserfeld auf, so dass durch die fortschreitende Stoßionisation die Zahl an freien Elektronen und korrespondierenden Ionen lawinenartig anwächst (engl. *avalanche ionization*). Dieser Ionisationseffekt setzt bei einer Intensitätsschwelle zwischen 10^9 W/cm^2 und 10^{12} W/cm^2 ein [Boyd, 2003; Mulser et al., 2010]. Dies hängt mitunter von der Eigenschaft des Materials ab, um freie Elektronen für die „Initialbedingung“ bereitzustellen (Gitterdefekte, Radikalstellen, Kontaminationen). Dieser Schwellenwert ist auch für den Einsatz von optischen Komponenten relevant, da z.B. ein Spiegel durch ein unerwünschtes Laserplasma beschädigt werden kann (Überschreiten der „Zerstörschwelle“).

Stehen keine oder zu wenige freie Elektronen im Material zur Verfügung, so ist die Photonenenergie bei einer Wellenlänge von z.B. 1064 nm nicht ausreichend, um ein Atom zu ionisieren und ein Elektron freizusetzen. Bei einem ausreichend intensiven Laserfeld kommt jedoch aufgrund von nichtlinearen Effekten die Multiphotonen-Ionisation zum Tragen [Boyd, 2003]. Durch simultane Absorption von mehreren Photonen kann auf diese Weise die Ionisationsenergie erreicht und übertroffen werden. Die Intensitätsschwelle liegt hierbei zwischen 10^{10} W/cm^2 und 10^{12} W/cm^2 [Gibbon, 2005], [Mulser, 2010], [Boyd, 2003].



Wie in Abb. 3.1 schematisch dargestellt, dient zur Untersuchung von Laser-Plasma-Wechselwirkungen meist eine Materialprobe als Ziel bzw. „Zielscheibe“, engl. target genannt. Um ein Plasma zu erzeugen, muss die Laserintensität für einen Ionisationsprozess genügend hoch sein. Hierfür wird der Laserpuls üblicherweise auf die Targetoberfläche fokussiert. Das Laserplasma expandiert dann mit hoher Geschwindigkeit in den freien Raum, Details werden in Abschnitt 3.3 erwähnt. Laser-Experimente werden zweckmäßigerweise bei Restgasdrücken $p < 10^{-5}$ mbar durchgeführt, um z.B. Plasma-Wechselwirkungen und Teilchenemissionen ungestört ablaufen lassen und beobachten zu können. Zudem werden durch eine Strahlführung des intensiven Lasers unter Vakuumbedingungen unerwünschte Effekte wie eine Ionisation der Luft unterbunden.

Abb. 3.1: Laserplasma (skizziert)

Für Wechselwirkungsprozesse ist nicht nur ein Laserparameter wie die Intensität bedeutsam, sondern auch das reale Pulsprofil des einwirkenden Lasers. In Abb. 3.2 ist dazu beispielhaft ein Pulsprofil skizziert, das die jeweilige Intensität I im zeitlichen Verlauf t widerspiegelt und allgemein bei Hochenergie-Lasersystemen beobachtet werden kann. Der erzeugte Hauptpuls befindet sich auf einem erhöhten, verrauschten Intensitätsniveau, welches durch eine verstärkte Spontanemission verursacht wird, engl. **amplified spontaneous emission** (kurz: ASE), [Keppler et al., 2016]. Weiterhin gehen dem Hauptpuls oft unerwünschte Vorpulse voraus, die eine Dauer im Nano- oder Picosekundenbereich aufweisen. Als Ursache solcher Pulse kommen z.B. doppelte Reflexionen in Frage, wie z.B. an einem elektrooptischen Schalter wie einer Pockelszelle. Dadurch wird der zeitliche Kontrast bis auf Werte um 10^{-6} bis 10^{-7} reduziert [Gibbon, 2005], der die Maximalintensität zu einer Intensität einige Zeit vor dem Pulsmaximum ins Verhältnis setzt. In dem Fall erzeugt nicht nur ein Hauptpuls mit einer Fokusintensität von 10^{21} W/cm² ein Plasma, sondern auch ein Vorpuls mit $I > 10^{14}$ W/cm². Folglich wechselwirkt der nachfolgende Hauptpuls eher mit diesem expandierenden Vorplasma als direkt mit der Targetoberfläche. Ebenso ist die aktuelle Intensität von der zeitlichen Anstiegsflanke des Hauptpulses abhängig. Das Pulsprofil und insbesondere der zeitliche Kontrast kann ein Laser-Experiment deutlich beeinflussen. Beispielsweise kann ein Target bei der laserbasierten Ionenbeschleunigung (Abschnitt 3.3.) durch einen Vorpuls beschädigt oder gar zerstört werden bevor der Hauptpuls eintrifft. Wie in Abb. 3.2 gezeigt, können auch Nachpulse auftreten, die jedoch meist keine nennenswerte Rolle spielen.

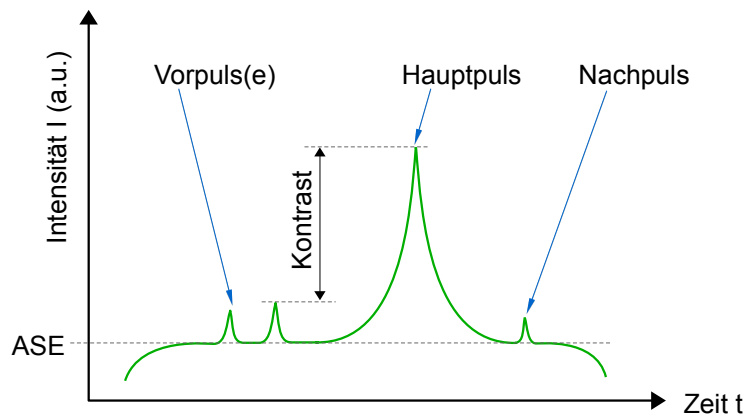


Abb. 3.2: Laserpulsprofil (skizziert)

3.2 Erzeugung von laserbasierten Ionen

Bereits kurze Zeit nach Realisierung des optisch gepumpten Rubinlasers durch Maiman [Maiman, 1960] folgten zahlreiche Untersuchungen zu Wechselwirkungen von Materie mit dieser kohärenten Strahlungsquelle. Trifft ein intensiver Laserstrahl auf eine feste Materialoberfläche, kann dies durch Verdampfen gezielt zur Bearbeitung und Abtrag genutzt werden (Ablation). Bei ausreichend hoher Intensität wurde schon von Linlor beobachtet, dass mittels gepulster Laserstrahlung ein Plasma erzeugt wird [Linlor, 1962]. In [Honig et al., 1963] wurde untersucht, welche geladenen Teilchen bei einem laserinduzierten Plasma emittiert werden. Linlor konnte schließlich Ionenenergien bis etwa 1 keV nachweisen, wenn ein „laser giant pulse“ unter Vakuumbedingung auf z.B. Gold traf¹⁸ [Linlor, 1963]. In [Gregg et al., 1966] wurden ähnliche Versuche durchgeführt und Ionenenergien bis 2 keV gemessen.

Mit fortlaufender Entwicklung von Lasersystemen wuchs nicht nur die Leistungsfähigkeit, wie z.B. die verfügbare Laserintensität, sondern auch das Forschungsinteresse von Wechselwirkungen eines Laserpulses mit Materie oder einem Plasma. In [Gitomer et al., 1986] werden die Resultate von über 50 Untersuchungen zusammengetragen, um eine Korrelation zwischen einem Targetmaterial (Ordnungszahl Z) und emittierten „schnellen“ Ionen und „heißen“ Elektronen hinsichtlich theoretischer Vorhersagen zu gewinnen; vergleichend werden dabei die jeweiligen Laserparameter aufgelistet (Wellenlänge, Intensität, Pulsdauer, etc.). Die höchsten Ionenenergien bis in den MeV-Bereich ergaben sich bei Protonen, die ursächlich aus einer Kontaminationsschicht stammten. [Fews et al., 1994] untersuchten mit Laserpulsen im Picosekundenbereich die Korrelation zwischen einer Intensität bis $2 \cdot 10^{18} \text{ W/cm}^2$ und resultierenden Ionenenergie und erhielten eine mittlere Ionenenergie bis 1,3 MeV.

Im Jahr 2000 wurde in unabhängigen Experimenten entdeckt, dass beim Laserbeschuss von dünnen Targets Ionenenergien von einigen MeV auftraten [Clark et al., 2000; Maksimchuk et al., 2000; Snavely et al., 2000]. Im Gegensatz zu bisherigen Beobachtungen wurde bei diesen Laser-Plasma-Wechselwirkungen ein intensiver, kollimierter Protonenstrahl nachgewiesen, der auf der Rückseite des Targetmaterials austrat. Beispielsweise werden in [Snavely et al., 2000] Protonenenergien bis 58 MeV berichtet.

Anfangs war nicht eindeutig geklärt, ob diese hochenergetischen Ionen von der rückseitigen Targetoberfläche erzeugt wurden oder aus der bereits bekannten Laser-Plasma-Wechselwirkung auf der Vorderseite [Gibbon, 2005]. Rasch konnte nicht nur bestimmt werden, dass die Ionen von der oberflächennahen Targetrückseite stammten, sondern in [Wilks et al., 2001] wird auch eine Erklärung zu einem neuen Beschleunigungsmechanismus geliefert, der im nächsten Abschnitt erläutert wird.

3.3 Lasergetriebene Ionenbeschleunigung (nach TSNA)

Anhand der schematischen Querschnittsdarstellung in Abb. 3.3 wird der TSNA-Mechanismus beschrieben. Dieser Mechanismus setzt eine Intensität $I > 10^{18} \text{ W/cm}^2$ voraus. Hierfür wird ein Laserpuls auf einen entsprechend kleinen Bereich des Targets fokussiert, wie bereits in Abb. 3.1 dargestellt. Bei dem Target in Abb. 3.3 handelt es sich um eine freistehende dünne Folie aus z.B. Metall oder Polymer mit einer Dicke d von typischerweise $1 \mu\text{m}$ bis einigen $10 \mu\text{m}$, in einigen Fällen sogar bis $100 \mu\text{m}$.

¹⁸ Pulsenergie 0,2 J, Pulsdauer (FWHM) 40 ns

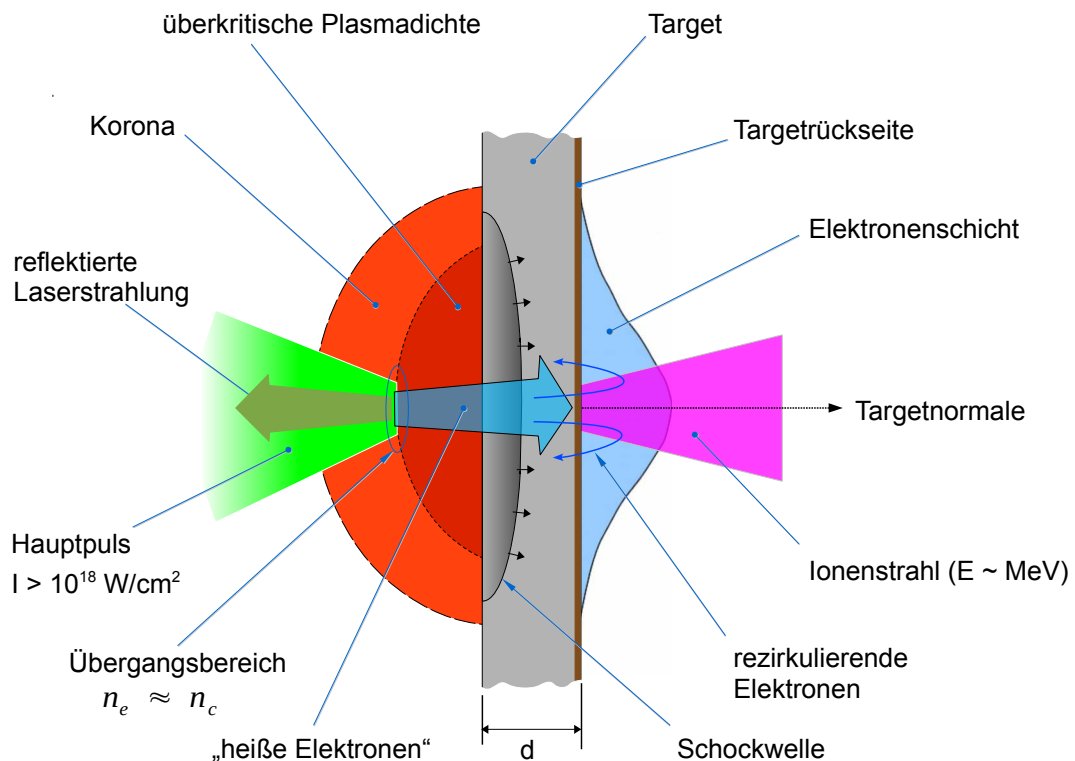


Abb. 3.3: Lasergetriebene Ionenbeschleunigung nach dem TSNA-Mechanismus

Zur besseren Erläuterung wird der zeitliche Ablauf, während der Laserpuls auf das Target einwirkt, in drei Phasen unterteilt; diese gehen jedoch fließend ineinander über:

1. Plasmabildung vor Eintreffen des Hauptpulses

Sobald eine ausreichend hohe Intensität von z.B. $I > 10^{12} \text{ W/cm}^2$ erreicht wird, kommt es zur Bildung eines Laserplasmas, das von der Targetoberfläche in den freien Raum (Vakuum) expandiert. Dabei wird durch das Pulsprofil bestimmt, zu welchem Zeitpunkt eine bestimmte Intensität auf das Target einwirkt. Wie in Abb. 3.2 skizziert, können einem realen Hauptpuls unter anderem unerwünschte Vorpulse vorausgehen. Bei einem Kontrast von z.B. 10^6 vermag die resultierende Intensität bereits so hoch zu sein, dass dadurch ein Vorplasma erzeugt wird. Als Folge wechselwirkt der nachfolgende Hauptpuls nicht nur mit der Targetoberfläche, sondern auch mit diesem expandierenden Vorplasma, vergleiche Abb. 3.3. Ebenso erzeugt die zeitlich endliche Anstiegsflanke des Hauptpulses ein zusätzliches Plasma, bevor sich der TSNA-Mechanismus entfalten kann. Mit dem „Zünden“ eines ausreichend dichten (Vor-)Plasmas beginnt auch eine Schockwelle ins Targetinnere zu laufen.

2. Prozesse während des Hauptpulses: TNSA-Mechanismus

Beim Eintreffen des Hauptpulses heizt das intensive Laserfeld das Vorplasma weiter auf. Dadurch steigt die Dichte des Plasmas bzw. der Elektronen zur Targetoberfläche hin rasch an – und damit nach Gleichung (G 2.10) auch proportional die Plasmafrequenz ω_{pe} der Elektronen. Da der Brechungsindex n eines Plasmas für eine elektromagnetische Welle mit der Kreisfrequenz ω wie folgt abhängt

$$n = \sqrt{1 - \frac{\omega_{pe}^2}{\omega^2}} \quad (\text{G 3.1})$$

wird der Brechungsindex imaginär, sobald gilt: $\omega_{pe} > \omega$. Als Folge wird eine elektromagnetische Welle bzw. der eintreffende Laser im Übergangsbereich zum überkritischen Plasma überwiegend reflektiert (vgl. Abb. 3.3). In einem solchen Fall kann daher definiert werden, dass die Elektronendichte n_e größer ist als die sog. kritische Plasmadichte n_c (mit der Elektronenmasse m_e):

$$n_c = \frac{\epsilon_0 m_e \omega^2}{e^2} \quad (\text{G 3.2})$$

Allerdings kann eine evaneszente Welle bis zu einer sog. Skintiefe L_{skin} in das überkritische Plasma eindringen. Diese Größe entspricht der Eindringtiefe, bei welcher die Amplitude der Welle auf das 1/e-fache abgefallen ist und ergibt sich zu (mit Vakuumlichtgeschwindigkeit c):

$$L_{skin} = \frac{c}{\sqrt{\omega_{pe}^2 - \omega^2}} \quad (\text{G 3.3})$$

Folglich ist die Skintiefe für eine elektromagnetische Welle um so größer, je kleiner die Differenz zwischen Plasmafrequenz und die Kreisfrequenz ω des Lasers. Ein entsprechender Anteil des Lasers kann somit dennoch in das überkritische Plasma eindringen und in diesem Bereich Elektronen in Richtung Target beschleunigen. Die hochenergetischen Elektronen erreichen relativistische Geschwindigkeiten und propagieren durch das dünne Targetmaterial. Auf der Rückseite bauen sie eine negativ geladene Raumladungszone auf. Diese quasistationäre „Ladungswolke“ erzeugt ein elektrisches Feld mit Feldstärken in der Größenordnung von TV/m. Oberflächennahe Atome auf der Targetrückseite werden durch die hohe Feldstärke unmittelbar ionisiert und senkrecht zur Targetnormalen auf kinetische Energie von einigen MeV beschleunigt. Ein Teil der Elektronen rezirkuliert ggf. aufgrund der laserinduzierten Ladungsseparation wieder zur Targetvorderseite und wird dort im Laserfeld erneut beschleunigt. Während dieses TNSA-Mechanismus läuft die Schockwelle weiter ins Innere des Targetmaterials, hat aber die Rückseite noch nicht erreicht.

Von der Targetoberfläche expandiert eine dünne Plasmaschicht in den freien (evakuierten) Raum. Maßgeblich in Abhängigkeit vom Ionisationsgrad X , der Elektronentemperatur T_e sowie der Ionenmasse m_i bewegt sich dieses Plasma – unter der Annahme eines lokalen thermischen Gleichgewichts¹⁹ – näherungsweise mit der Schallgeschwindigkeit c_s :

$$c_s = \sqrt{\frac{X k_B T_e}{m_i}} \quad (\text{G 3.4})$$

3. Zusammenbruch des TNSA-Mechanismus:

Sobald die Schockwelle die Rückseite des Targets erreicht hat, kommt es zu einem Zusammenbruch des TNSA-Mechanismus. Unter anderem wird durch die Materialstärke des Targetmaterials bestimmt, zu welchem Zeitpunkt dieser Durchbruch erfolgt. Bei einem dickeren Target tritt dies zwar zu einem späteren Zeitpunkt ein. Allerdings werden die Elektronen aufgrund der längeren Wegstrecke proportional häufig gestreut, was sich nachteilig auf den Mechanismus bzw. die Qualität des Ionenstrahls auswirken kann (u.a. Quellgröße).

¹⁹ engl. local thermal equilibrium, kurz LTE



4. Aufbau, Modernisierung und Erweiterung eines PECVD-Systems

In diesem Kapitel wird die vakuumtechnische Prozessanlage beschrieben, mit der sich eine effiziente plasmaunterstützte, chemische Gasphasenabscheidung durchführen lässt, im Englischen typischerweise als **plasma-enhanced chemical vapour deposition** bezeichnet (engl., kurz: PECVD). Es handelt sich um eine kommerzielle Anlage, deren Teilsysteme weitestgehend instandgesetzt und je nach Anforderung umgebaut oder erweitert wurden. Insbesondere das Teilsystem zur Ansteuerung und Überwachung samt Benutzerapplikation wurde grundlegend neu konzipiert, aufgebaut und in Betrieb genommen. Mit diesem PECVD-System war es schließlich möglich, ultradünne Schichten aus DLC herzustellen und z.B. für Laser-Ionen-Experimente nutzbar zu machen, siehe Kapitel 8 und 9.

4.1 Beschreibung der PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR-770 Series“

In Abb. 4.1 ist eine Frontansicht der PECVD-Prozessanlage „SLR770 ECR“ der Fa. Plasma-Therm, Inc. (St. Petersburg, USA) zu sehen, [DEV-SLR770]. Sie wurde im Targetlabor des Instituts für Kernphysik (IKP) an der Technischen Universität Darmstadt aufgestellt und in Betrieb genommen. Bestimmte Baugruppen und Komponenten dieses PECVD-Systems werden in separaten Abschnitten ausgeführt, an dieser Stelle soll nur ein erster Einblick vermittelt werden. Die PECVD-Anlage in Abb. 4.1 nimmt mit ihren beiden Konsolen (A) und (B) eine Standfläche von etwa 175 cm Breite und 95 cm Tiefe ein, in der Höhe misst sie ca. 185 cm. Hinzu kommt noch ein ausreichender Platzbedarf für Druckgasflaschen zur Prozessgasversorgung und zwei Vorvakuumpumpen für das Pumpsystem; die Drehschiebervakuumpumpe für den Betrieb der Prozesskammer (Trivac D65BCS) befindet sich in einem angrenzenden Versorgungsraum, um den Einfluss von Vibration und Schallemission möglichst fernzuhalten. Für den Anlagenbetrieb wird u.a. ein Drehstromanschluss (dreiphasig, abgesichert mit 100 Ampere) sowie eine Kühlwasserversorgung benötigt. Ausführliche Informationen zu der PECVD-Anlage, wie z.B. Hinweise zur Installation oder Wartung, finden sich in den folgenden Original-Dokumentationen „SLR770 SERIES, Plasma Processing System“ (vor Ort im Targetlabor):

- **User's Manual** [UserMan]
- **Equipment Manual, VOLUME ONE** [EqMan1]
- **Equipment Manual, VOLUME TWO** [EqMan2]
- **Service Documentation** [ServMan]

Die Inhalte der genannten Anleitungen werden im Anhang kurz aufgeführt bzw. wesentliche Angaben zu relevanten Spezifikationen werden dort zusammengefasst. Dort findet sich auch eine Auflistung von ausgewählten Instrumenten, Geräten und Komponenten, die mit dem internen Referenzhinweis in der Form „[DEV...]“ versehen wurden (wie oben im Fall der PECVD-Prozessanlage).

Anhand von Abb. 4.1 wird eine erste Übersicht zu der PECVD-Anlage und den grundlegenden Systembestandteilen gegeben, die in den nachfolgenden Abschnitten näher betrachtet werden. Dabei wurde eine thematische Gliederung in sechs „Anlagenbereiche“ von A bis F vorgenommen:

- In der **Hauptkonsole (A)** – im User's Manual als „Main Cabinet“ bezeichnet – befinden sich im Wesentlichen Instrumente für die Druckmessung des Vakuumsystems, ein Hochfrequenzgenerator zur Plasmaanregung im MHz-Bereich sowie ein Industrie-PC samt Schnittstellenkarten und Anschlussblöcken für die Steuerung und Überwachung der PECVD-Prozessanlage. Wie auf den noch folgenden Abbildungen zu sehen, befinden sich diese Komponenten im vorderen Bereich der Hauptkonsole. Im dahinter liegenden Bereich verbergen sich unter anderem: Schaltnetzteile zur Spannungsversorgung, ein Anpassungsnetzwerk für den Hochfrequenzgenerator und Bestandteile des Vakuumsystems wie Ventile oder Druckmessröhren.
- In der **Nebenkonzole (B)** – im User's Manual als „ECR Pod“ benannt – sind hauptsächlich untergebracht: die Betriebsgeräte für zwei Turbomolekularpumpen, den ECR-Elektromagneten sowie ein Betriebs- und Steuergerät für das Leistungsmagnetron (10). Diese Nebenkonzole bietet sich auch als Bedienpult für die grafische Benutzeroberfläche an, weshalb dort ein Monitor (1) mit Tastatur (2) und dergleichen platziert ist. Ein auftretender Systemalarm wird mit dem akustischen Alarmgeber (3) ausgegeben, beispielsweise bei einer Störung der Kühlwasserversorgung. Eine sofortige Abschaltung der PECVD-Anlage kann mit dem roten Druckschalter (4) erfolgen, im User's Manual auch als **EPO**²⁰ bezeichnet. Bei Betätigung dieses Notaus-Schalters wird die Hauptstromversorgung umgehend unterbrochen! Welche Komponenten davon betroffen sind, ist dem Abschnitt 4.13.1 zu entnehmen. Ein erneutes Einschalten der Prozessanlage ist nur möglich, wenn der **EPO**-Druckschalter wieder zurückgesetzt wurde!

Die Edelstahl-Abdeckungen (Türen) der Haupt- und Nebenkonsolen waren während der Umbau- und Optimierungsphasen und während des Anlagenbetriebs meist geöffnet und wurden schließlich komplett entfernt. Dies vereinfachte mitunter eine direkte Sicht auf die Instrumente und schnelle Bedienbarkeit, vergleiche zum Beispiel Abb. 4.3.

Im oberen Bereich der Hauptkonzole (A) befinden sich folgende Baugruppen oder Teilsysteme der PECVD-Prozessanlage, vergleiche Abb. 4.1:

- Die **Ladeschleuse (C)** – im User's Manual „load lock“ genannt und im Rahmen dieser Arbeit meist mit der Abkürzung **LL** versehen – ermöglicht das Ein- und Ausschleusen von speziellen Substraten in die Prozesskammer (D), in der währenddessen typischerweise ein Unterdruck herrscht. Der rechtwinklige Rezipient (5) ist aus massivem Aluminium gefertigt und besitzt einen Verschlussdeckel, der sich mit Hilfe des Griffs (6) nach oben öffnen lässt. Der Schleusenvorgang kann mit Hilfe eines Sichtfensters (7) kontrolliert werden.
- Die **Prozesskammer (D)** – im User's Manual als „process chamber“ bezeichnet und in dieser Arbeit oft mit **PCH** abgekürzt – dient der Plasmabehandlung von geeigneten Substraten, insbesondere von kreisrunden Wafern. Der Hauptrezipient (8) besteht aus einem rostfreien, nicht-magnetisierbaren Edelstahl. Für Wartungszwecke oder Umbauten dient der Verschlussdeckel (9), der über zwei Schaugläser verfügt (z.B. zur Prozessbeobachtung).

Beide Rezipienten von (C) und (D) sind über ein Schleusenventil namens **V-SLOT** verbunden bzw. isolierbar; Details siehe z.B. Abschnitte 4.7.

²⁰ Abkürzung für engl. „emergency power off“

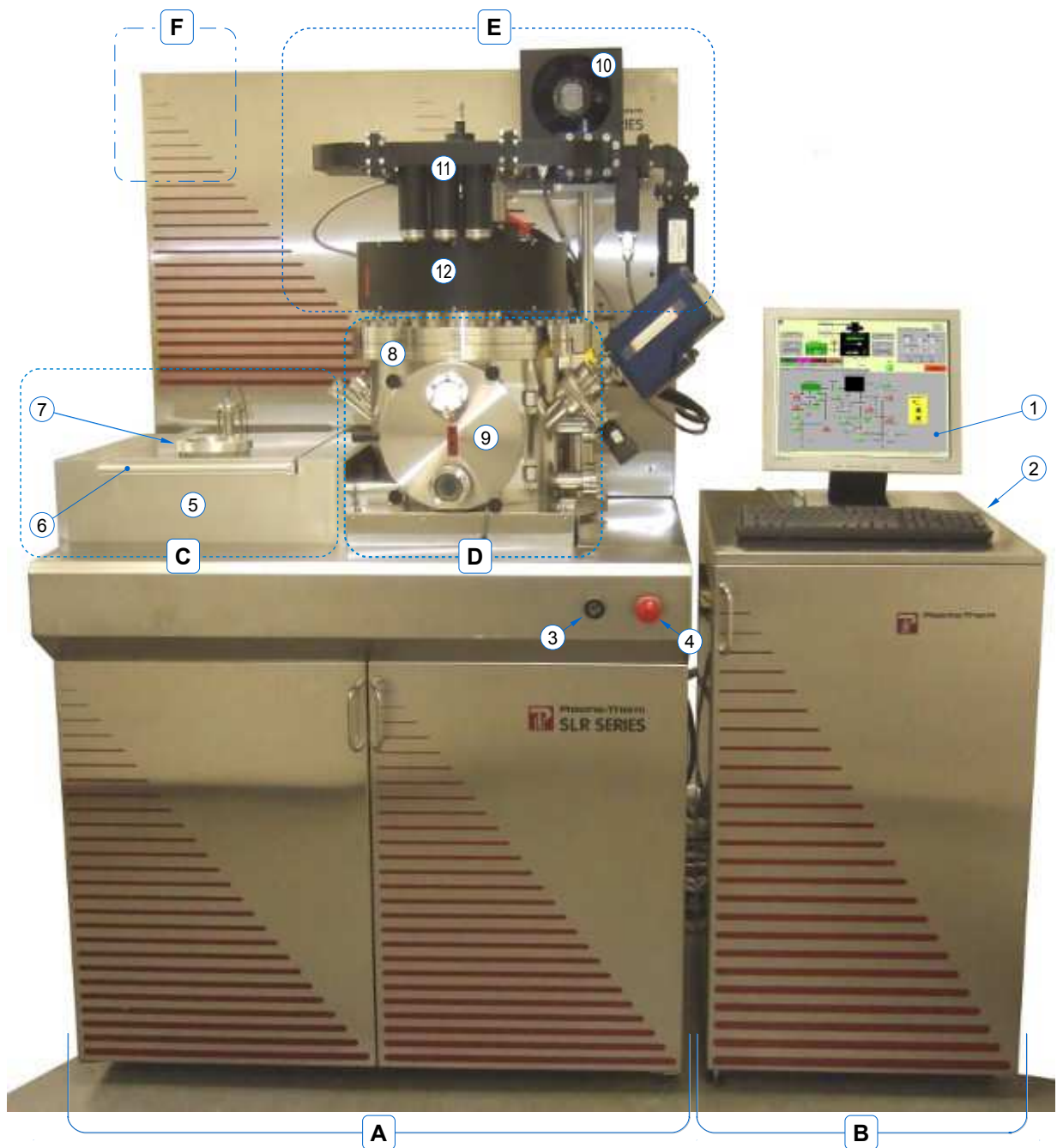


Abb. 4.1: Frontansicht der PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR770 ECR“

- | | |
|---|---|
| A Hauptkonsole PECVD-Anlage „Main Cabinet“ | D Prozesskammer „Process Chamber“ (PCH) |
| B Nebenkonzole PECVD-Anlage „ECR Pod“ | E ECR-Plasmaquelle: ASTEX ECR AX4400 |
| C Ladeschleuse „Loadlock“ (LL) | F Gasversorgungseinheit (Vorderansicht) |
-
- | | |
|---|--|
| ① PECVD-Anlage (Monitor): Bedienoberfläche | ⑦ Sichtfenster für Ladeschleuse (in Deckel) |
| ② Tastatur, etc. | ⑧ Hauptrezipient von Prozesskammer |
| ③ Akustischer Alarmgeber „BUZZER“ | ⑨ Verschlussdeckel / Tür von (8) |
| ④ Notaus-Schalter „EPO“ | ⑩ Regelbares Magnetron (Ansicht: Luftkühlung) |
| ⑤ Rezipient der Ladeschleuse | ⑪ Mikrowellen-Impedanzanpassung „Drei-Stift Tuner“ |
| ⑥ Verschlussdeckel (Griff) von Ladeschleuse | ⑫ ECR-Elektromagnet von Plasmaquelle (E) |

- Die **ECR-Plasmaquelle (E)** „Astex ECR AX4400“ umfasst zunächst ein regelbares Leistungsmagnetron (10); in dieser Ansicht ist das Ventilationsgitter für die Luftkühlung zu erkennen. Zur Impedanzanpassung von eingestrahelter Mikrowellenleistung und einem (ECR-)Plasma dient ein Drei-Stift-Tuner (11), im englischen Sprachraum als „three-stab tuner“ bezeichnet. Der wasser-gekühlte Elektromagnet (12) erzeugt für den Betrieb der ECR-Plasmaquelle ein statisches Magnetfeld mit einer definierten, einstellbaren Flussdichte (insbesondere $B=87,5$ mT).
- Die **Gasversorgungseinheit (F)** – im User's Manual als „Gas Handling System Enclosure“ oder „Gas Enclosure Panel“ bezeichnet – dient vornehmlich zur Prozessgasversorgung der PECVD-Anlage. In Abb. 4.1 ist nur die Vorderseite sichtbar, eine von hinten zugängliche Innenansicht zeigt Abb. 4.21. Die Gasversorgungseinheit beinhaltet im Wesentlichen acht Massenflussregler (engl. **mass flow controller**, kurz: MFC) samt Absperrventilen, Rohrleitungen, etc. Die einzelnen Gase werden über Leitungen zu zwei Bereichen der Prozesskammer geführt: „Gasleitung A“ versorgt die ECR-Plasmaquelle, die „Gasleitung B“ führt zu einem sog. Gasring, der im unteren Teil der Prozesskammer angesiedelt ist.

4.2 Übersichtsbeschreibung des PECVD-Systems

Eine schematische Gesamtübersicht des PECVD-Systems wird in Abb. 4.2 skizziert. Diese übergeordnete Darstellung namens **PlasmaSys** umreißt in vereinfachter Form, welche Teilsysteme und Komponenten in erster Linie für eine Prozessdurchführung mit der Anlage „Plasma-Therm SLR770 ECR“ relevant sind. Zudem lässt sich aus der Übersicht entnehmen, in welchen Bereichen des PECVD-Systems die erwähnten Teilsysteme mitwirken, miteinander verknüpft sind oder sich überlappen. Mit Hilfe der Referenzhinweise in dem Infofeld (links oben) wird beispielsweise ersichtlich, dass das Teilsystem mit der Bezeichnung **PowerSys** (in der Skizze mit **P** abgekürzt) an jedem erwähnten Teilsystem beteiligt ist, während dies bei **ControlSys** in einem geringeren Maße vorkommt. Eine kurze Erläuterung dieser Teilsysteme und eventueller Unterkategorien erfolgt weiter unten.

4.2.1 Funktionsübersicht der PECVD-Anlage

Wie in Abb. 4.2 zu sehen, ist die Prozesskammer (1) ein grundlegender Bestandteil des PECVD-Systems, in der eine plasmabasierte Oberflächenbehandlung durchgeführt wird. Ein „Behandlungsgut“ (2) wird dazu auf einer Plattform (3) positioniert und einem Niederdruckplasma (4) ausgesetzt. Üblicherweise handelt es sich bei dem Behandlungsgut um ein Substrat in der Form eines kreisförmigen Wafers mit einem Durchmesser von maximal vier Inch bzw. ca. 100 mm.

Bevor jedoch ein Plasma erzeugt und ein bestimmter Prozess gestartet werden kann, sind geeignete Bedingungen im Rezipienten erforderlich. Mit dem **Pumpsystem**, der aus einer Kombination einer Hochvakuumpumpe (Turbovac 1000C) und Vorvakuumpumpe (Trivac D65BCS) besteht, kann ein Restdruck von mindestens $10E-6$ mbar erreicht werden. Ein solcher Druckbereich wird z.B. als Basisdruck vor einem Prozess benötigt. Wie in Kapitel 2 erwähnt, liegt der Druckbereich je nach Prozess typischerweise in der Größenordnung von: Ionenätzen (IE) 0,1 bis 5 Pa, Reaktives Ionenätzen (RIE) 0,2 bis 10 Pa und Plasmaätzen (PE) zwischen 10 und 100 Pa.

Referenzhinweise:

- P PowerSys
- W CoolSys (Wasser)
- G GaSys*
- V VacSys*
- C ControlSys*
- I Interlock Status Box

* mit Unterkategorien

Prozessgaszufuhr („Up-Streaming“)

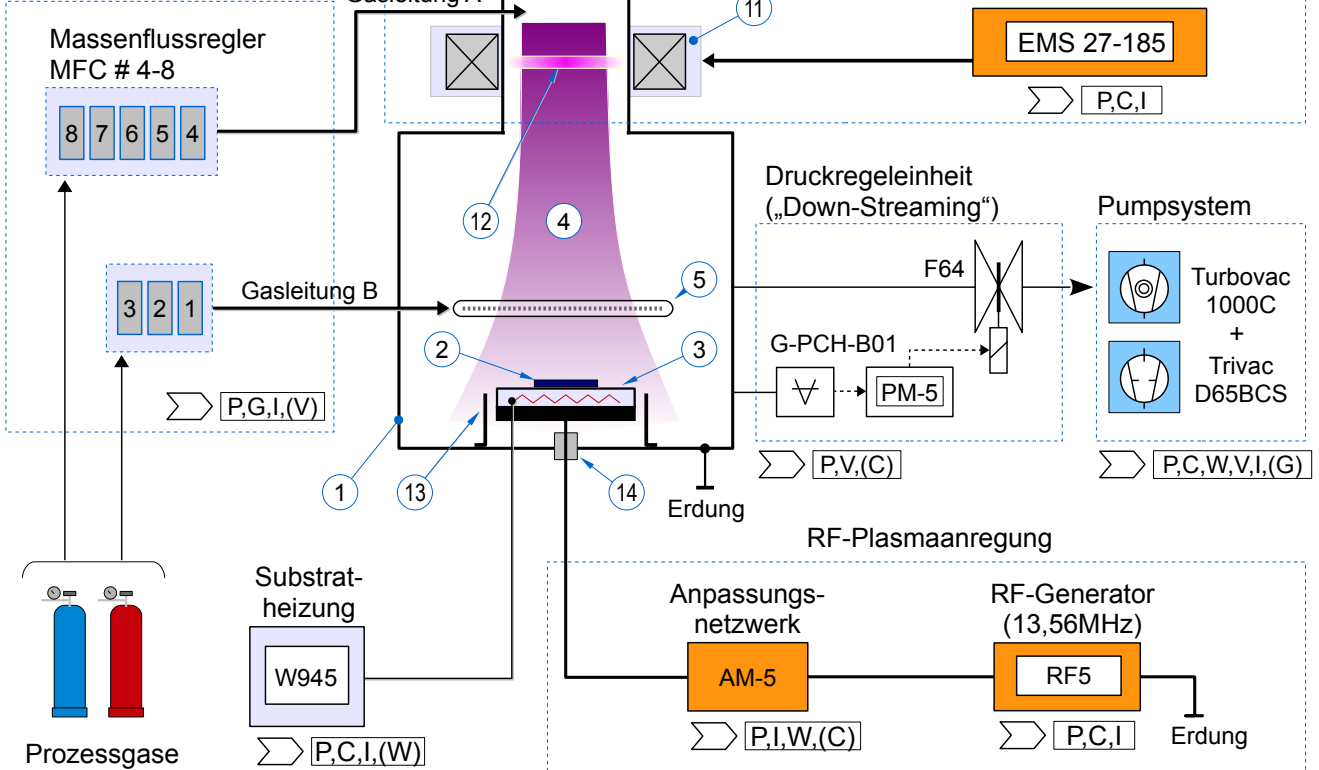


Abb. 4.2: Schematische Übersicht des PECVD-Systems „Plasma-Therm SLR770 ECR“ (PlasmaSys)

- | | |
|---|---|
| ① Prozesskammer / Rezipient (PCH) | ⑧ Rechteck-Hohlwellenleiter (hier: U-Form) |
| ② Behandlungsgut (Substrat wie z.B. Wafer) | ⑨ Symm. Plasmakoppler (MW-Modenkonverter) |
| ③ Plattform: RF-Arbeits Elektrode mit Heizung | ⑩ Mikrowellen-Fenster (Quarzglas) |
| ④ Niederdruckplasma / ECR-Plasma | ⑪ Elektromagnet für ECR-Betrieb ➤ W |
| ⑤ Gasing: Gaszufuhr für Prozesskammer | ⑫ ECR-Plasmazone ($\vec{B} \approx 875 \text{ mT}$) |
| ⑥ Magnetron 2,45 GHz (Astex SXRHA) | ⑬ Dunkelraumschild für RF-Arbeits Elektrode |
| ⑦ Drei-Stift Tuner (ASTEX AX3041) | ⑭ Elektr. Vakuumdurchführung für (3) |

Die **Prozessgaszufuhr** erfolgt über Massenflussregler (MFC), die ein wesentlicher Bestandteil der Gasversorgungseinheit sind und deren Funktionsweise in Abschnitt 4.11 näher beschrieben wird. Mit dieser sog. „Up-Stream“-Regelung ist es möglich, den (partiellen) Druck bzw. die Konzentration eines Prozessgases (Edukt) einzustellen. Auf diese Weise lässt sich z.B. eine Ätz- oder Abscheidungsrate bei einem Plasmaprozess beeinflussen. Der absolute Massenfluss eines Prozessgases kann durch ein anderes Gas auch verdünnt werden, um den Druck zu erhöhen. In [Gaman07] wird z.B. erwähnt, wie Helium als „Verdünnungsgas“ (engl. dilution gas) eingesetzt wird. Die regulierten Prozessgase und Gasgemische werden dem PECVD-System letztlich über zwei Leitungen zugeführt: die Gase der **MFC #4-8** gelangen über die **Gasleitung A** zur ECR-Plasmaquelle, während die **Gasleitung B** die Prozessgase der **MFC #1-3** zu einem **Gasring** (5) führt.

Mit Hilfe der **Druckregeleinheit** lässt sich das effektive Saugvermögen in einem weiten Bereich einstellen und damit der resultierende Gasfluss in Richtung Pumpsystem. Diese sog. „Down-Stream“-Druckregelung besteht aus einem Druckcontroller **PM-5**, der den aktuellen Prozessdruck über die Messröhre **G-PCH-B01** erfasst und mit einem vorgegebenen Sollwert vergleicht. Je nach Abweichung wird das Plattenschieberventil **F64** in eine entsprechende Position gebracht. Dadurch ändert sich der wirksame „Ansaugquerschnitt“ zur Turbopumpe, was zu einem entsprechenden Druck im Rezipienten führt. Weitere Details zu der Prozessgaszufuhr, der Druckregeleinheit und dem Pumpsystem folgen im Abschnitt 4.7.1.

In Kapitel 2 wurde der vereinfachte Aufbau eines Parallelplattenreaktors im Rahmen eines RIE-Betriebsmodus beschrieben. Wie in Abb. 4.2 skizziert, bietet die PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR770 ECR“ ebenfalls diese Möglichkeit. Mit Hilfe der **RF-Plasmaanregung** lässt sich ein Niederdruckplasma im MHz-Bereich erzeugen und anregen. Sie besteht aus einem Hochfrequenzgenerator **RF5** und Anpassungsnetzwerk „Automatic Matching“ **AM-5** zur Minimierung der reflektierten Leistung. Die Plattform (3) stellt die Arbeitselektrode für die RF-Anregung dar, die Prozesskammer (1) bildet dabei die Gegenelektrode und liegt auf Massenpotential. Bestimmte Prozesse erfordern eine erhöhte Substrattemperatur, weshalb die Plattform mit einem Heizsystem ausgestattet ist und sich mit dem Temperaturregler **W945** steuern lässt. Eine anschauliche Darstellungen der Plattform (3) sowie innerer Aufbauten liefert u.a. die 3D-CAD-Zeichnung in Abb. 4.15 und Abb. 4.17.

Mit dem PECVD-System kann ein zusätzliches Niederdruckplasma mit wesentlich höherer Dichte erzeugen werden, das standardmäßig für plasmabasierte Prozesse eingesetzt wird. Wie oben rechts in Abb. 4.2 skizziert, beinhaltet die **Plasmaquellen-Einheit Astex ECR AX4400** ein Magnetron (6), mit dem sich ein Niederdruckplasma im unteren GHz-Bereich erzeugen lässt. Mit dem Betriebs- und Steuergerät **AX2110** ist eine nahezu stufenlose Regelung der abgestrahlten Mikrowellenleistung bis 1000 W möglich. Von dem Magnetron (6) gelangt die ausgekoppelte Leistung über diverse Komponenten (7) bis (9) letztlich über ein Quarzglasfenster (11) in den oberen Teil des Rezipienten (1). Bei einem ausreichend niedrigem Druck kann dort die Mikrowellenstrahlung ein Restgas ionisieren. Das resultierende Mikrowellenplasma weist für ein Niederdruckplasma einen hohen Ionisationsgrad auf. Herrscht in dieser Region ein ausreichend hohes Magnetfeld, werden freie Elektronen resonant angeregt, so dass der Ionisationsgrad in diesem ECR-Plasma weiter anwachsen kann. Mit dem Betriebsgerät **EMS-27-185** wird der wassergekühlte Elektromagnet (12) versorgt, um im Joch der Spule ein solches Feld mit einer magnetischen Flussdichte von $B=87,5$ mT für die ECR-Bedingung bei 2,45 GHz zu erfüllen.

4.2.2 Kategorisierung der Anlagen-Teilsysteme

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die Dokumentation zu dem PECVD-System aufbereitet, aktualisiert und erweitert. Im Zuge dessen erfolgte eine eigene kategorische Einteilung der Systemkomponenten, bei der spezifische Teilsysteme gebildet und mit der Endung **Sys** versehen wurden. Diese Kategorisierung spiegelt vor allem die Funktionalität eines Teilsystems wider und bot eine wichtige Grundlage für die Planung und Entwicklung einer Applikation mit LabVIEW™ (Steuerung und Überwachung), vergleiche Kapitel 8. Im Folgenden werden die Teilsysteme kurz erläutert, welche insbesondere in dem Übersichtsschema **PlasmaSys** vermerkt sind, vergleiche Referenzhinweise in Abb. 4.2.

- **V** **VacSys** gibt eine Übersicht wieder, welche Komponenten das Vakuumsystem umfasst, wie beispielsweise Vakuumpumpen, Ventile und Druckmessgeräte. Aufgrund der Komplexität wurde das Vakuumsystem thematisch in zwei Unterkategorien aufgeteilt:
 - **VacSys-LL** (Abschnitt 4.6.1) beschreibt das entsprechende Vakuumsystem für die Ladeschleuse (engl. load lock);
 - **VacSys-PCH** (Abschnitt 4.7.1) umreißt das Vakuumsystem für den Betrieb der Prozesskammer (engl. process chamber).
- **G** **GaSys** umfasst die Bereitstellung von diversen, gasförmigen Medien für den Betrieb des PECVD-Systems und die Prozessdurchführung und beinhaltet drei Unterkategorien:
 - **GaSys-CA** (Abschnitt 4.12.2) stellt Komponenten wie z.B. Vakuumventile dar, die mit gereinigter Druckluft betrieben werden (engl. compressed air);
 - **GaSys-PG** (Abschnitt 4.12.1) skizziert eine Übersicht von Komponenten, die mit trockenem Inertgas wie Stickstoff versorgt werden (Spülgas, engl. purge gas);
 - **GaSys-MFC** (Abschnitt 4.11) beschreibt die Prozessgasversorgung und welche Massenflussregler (engl. mass flow controller) in einer Gasleitung eingesetzt werden, um der ECR-Plasmaquelle und Prozesskammer ein Prozessgas oder Gasgemisch bereitzustellen.
- **P** **PowerSys** (Abschnitt 4.13.1) umreißt die bereitgestellten Versorgungsspannungen und welche Instrumente, etc. der PECVD-Anlage daran angeschlossen sind („~“ = Leiterphase):
 - Wechselspannungsquellen (V-AC): 380 (3~), 230 (1~), 115 (1~)
 - Gleichspannungsquellen (V-DC): +24, +15, -15
 - separate Versorgung: 230V-AC (1~) für Industrie-PC, etc.
- **W** **CoolSys** (Abschnitt 4.13.2) gibt diejenigen Komponenten wieder, die mit Kühlwasser versorgt werden sowie die vorhandenen jeweiligen Vor- und Rücklaufpfade.
- **I** **Interlocksystem** zeigt das Teilsystem zur Sicherheitsüberwachung des PECVD-Systems, wie es auch in den Originalunterlagen dokumentiert ist und im Rahmen der Arbeit nicht modifiziert wurde, Details siehe Abschnitt 4.29 sowie [ServMan], Seite 187.

➤ **C** *ControlSys*- beinhaltet jegliche Aspekte, die für eine Steuerung und Überwachung des PECVD-Systems erforderlich sind und im separaten Kapitel 5 geschildert werden. Dieses umfangreiche Teilsystem ist in drei Unterkategorien eingeteilt:

- *ControlSys-OV* (Abschnitt 5.2) liefert eine vereinfachte Übersicht (engl. **overview**), welche Komponenten sich u.a. in dem genutzten Industrie-PC befinden (PCI-Einsteckkarten) und mitunter für eine Messdatenerfassung eingesetzt werden. Weiterhin ist ersichtlich, welcher Anschlussblock für die Erfassung und Ausgabe von digitalen Signalen zuständig ist und welche Versorgungsspannungen bereitgestellt werden;
- *ControlSys-AIO* (Abschnitt 5.3) knüpft an die Übersicht *ControlSys-OV* an und zeigt überwiegend schematisch, welche Komponenten sich am jeweiligen Anschlussblock für ein- und ausgehende Analogsignale (engl. **analogue input output**) befinden;
- *ControlSys-DIO* (Abschnitt 5.4) knüpft ebenso an die erwähnte Übersicht an und listet alle Komponenten auf, die mit einem Anschlussblock für digitale Ein- und Ausgangssignale verbunden sind (engl. **digital input output**); teilweise wird dies durch eine grafische Darstellung des elektrischen „Pfades“ ergänzt.

Im Rahmen dieser Arbeit findet sich eine Notation wieder, die hauptsächlich für die zahlreichen Komponenten der Vakuumsysteme verwendet wird. Diese spezielle Benennung ist weitestgehend hierarchisch aufgebaut und wird auch konsequent für die LabVIEW-Programmierung der PECVD-Applikation genutzt, um eine eindeutige Verknüpfung zwischen der realen Komponente und auf der Seite der Benutzeroberfläche zu schaffen.

Allgemeine Komponenten-Notation:

V = Ventil (oder engl. **valve**), z.B. für ein Vakuumsystem

G = Gauge (engl. für: Anzeige), Vakuummessröhre oder Anzeigeinstrument

LL = Ladeschleuse (engl. **load lock**)

PCH = Prozesskammer (engl. **process chamber**)

TMP = Turbomolekularpumpe bzw. eine dazugehörige Komponente

Daneben gibt es spezifische Bezeichnungen, welche diese allgemeine Notation ergänzen und in dem betreffenden Teilsystem erwähnt werden, wie z.B. eine Vakuummessröhre des Typs „Baratron“ mit einem Druckmessbereich bis 1000 Torr: **B1000**.

Beispiel:

Bei der Komponente **V-LL-TMP-BTY** handelt es sich um ein Ventil, das sich im Vakuumsystem der Ladeschleuse (**VacSys-LL**) befindet. Dieses Schmetterlingsventil (kurz BTY für engl. **butterfly valve**) ist zwischen dem Rezipienten der Ladeschleuse und der dazugehörigen Turbomolekularpumpe (TMP) installiert.

4.3 Historie zur PECVD-Anlage

In dem Abschnitt 4.1 wurden anhand der Abb. 4.1 bereits wesentliche Anlagenbereiche und von außen sichtbare Teilsysteme kurz umrissen. Ab dem Abschnitt 4.6 erfolgt dazu eine umfassende Beschreibung. An entsprechender Stelle wird sie mit Hinweisen ergänzt, welche Maßnahmen zur Reinigung, funktionalen Überprüfung und eventuellen Instandsetzung sowie zur Erweiterung des Vakuumsystems durchgeführt wurden. In diesem und nachfolgenden Abschnitt soll jedoch zunächst auf die „Vorgeschichte“ der PECVD-Anlage und das geplante „Retrofit“ (dt. Nachrüstung) eingegangen werden.

Die PECVD-Prozessanlage „Plasma-Therm SLR-770 ECR“ wurde ursprünglich für Forschungsbelange eines Fraunhofer Instituts²¹ konstruiert. Dort wurde sie 1995 in Betrieb genommen, eine Aussonderung erfolgte im Frühjahr 2008. Über einen Gebrauchtmarkthandel wurde die Anlage schließlich Ende 2010 vom Targetlabor am Institut für Kernphysik erworben. Um das PECVD-System wieder in Betrieb nehmen zu können, waren in den Räumlichkeiten des Targetlabors zunächst aufwendige Umbaumaßnahmen und ergänzende Installationen notwendig, wie beispielsweise ein ausreichend dimensionierter elektrischer Anschluss²²; insgesamt nahmen diese Maßnahmen einige Monate in Anspruch.

Ungünstige Gegebenheiten wie ein langer Betriebsstillstand und ggf. eine ungeeignete Lagerung bis zum Erwerb hatten diverse „Makel“ und Fehlfunktionen bei der PECVD-Anlage zur Folge. Wesentliche Mängel wurden erst während der Inbetriebnahme ersichtlich und konnten teilweise nur mit erheblichem Aufwand behoben werden. Zum Beispiel verursachte die Instandsetzung der Wasserkühlung des ECR-Elektromagneten eine Verzögerung von mindestens vier Wochen.

Besonders schwerwiegend war Funktionsstörungen der elektrischen Ansteuerung und Messdatenerfassung: obwohl die ursprüngliche, grafische Bediensoftware²³ lauffähig war, traten oft irreführende Systemfehler und Alarmmeldungen auf, die letztlich auf defekte Elektronikkomponenten hindeuteten (Mainboard und/oder Steuerungskarten). Eine pauschale Anfrage²⁴ bei der Fa. Plasma-Therm ergab, dass altersbedingt keine Reparatur möglich gewesen wäre, sondern nur ein grundlegendes Upgrade des Steuerungssystems. Der finanzielle Bedarf für ein solches „Control System Retrofit“ hätte sich auf bis zu 60.000 US\$ belaufen können und hätte nur das PC-System samt Software beinhaltet (sogenanntes „CORTEX-Paket“). Weitere Maßnahmen wie eine generelle Instandsetzung oder eventuelle Anpassung von z.B. neueren Instrumenten wären in diesem Angebot noch nicht enthalten gewesen. Auch die Installation von weiteren Komponenten oder Versorgungseinheiten (Prozessgase, Kühlwasser, etc.) würde zusätzliche Kosten bedeuten.

4.4 Planung zum „Retrofit“ des PECVD-Systems

Eine grundlegende Modernisierung des Steuerungssystems erschien in jedem Fall attraktiv, da bestehende Komponenten längst nicht mehr zeitgemäß waren: Steuerungskarten²⁵ (ISA-Bus) für die Erfassung und Ausgabe von digitalen und analogen Signalen wurden über eine sog. ISA-Backplane (14 Slots) angesprochen, auf der sich auch ein PC-Board (ICP/ASC486, Rev. C) mit einem Prozessor 80486DX2 samt 8 MB RAM Arbeitsspeicher befand. Die Bedien- und Steuerungssoftware „System Monitor“ lief unter Microsoft MS-DOS.

21 Fraunhofer Institut für Angewandte Festkörperphysik (IAF), D-79108 Freiburg i.B.

22 Drehstrom, abgesichert bis 100 Ampere

23 Plasma-Therm „System Monitor SLR, v1.60“

24 E-Mail-Korrespondenz vom 03.11.2011

25 Beispiel: ADA88, Analog I/O, Fa. Robotrol Corp.

Aus diesem Grund erfolgte eine eingehende Untersuchung des PECVD-Systems und fundierte Recherche nach möglichen Alternativen zu dem in Abschnitt 4.3 erwähnten CORTEX-Paket. Die Entscheidung fiel letztlich auf eine eigenständige Planung und Entwicklung der elektrischen Ansteuerung und Überwachung bzw. Messdatenerfassung. Aus dem bestehenden System konnte auch mit Hilfe der Original-Dokumentationen und ergänzenden Internetrecherchen abgeleitet werden, wie sich ein solches „Retrofit“ planen und realisieren ließe. Daraus ergab sich im Speziellen die reizvolle Perspektive, die Bediensoftware selbst zu gestalten und weitere, nahezu beliebige Komponenten nachträglich in das System einbinden zu können: beispielsweise alternative Messinstrumente oder ergänzende Komponenten, die insbesondere für die Entwicklung von Targetmaterialien hilfreich sind.

Die Wahl für eine eigenständige Entwicklung einer maßgeschneiderten Steuerungs- und Bediensoftware (Applikation) fiel dabei auf Produkte der Fa. National Instruments (kurz: NI):

Mit der Entwicklungsumgebung NI LabVIEW™ lassen sich grafische Benutzeroberflächen (engl. GUI für graphical user interface) auf dem sog. Frontpanel recht schnell erstellen und z.B. mit Funktionen verknüpfen. Die Gestaltungspalette ist dabei sehr umfangreich, die Eigenschaften eines Anzeigeelements (z.B. Verlaufsdiagramm) sind sogar noch während der Programmlaufzeit anpassbar. Bestimmte Eigenschaften von Anzeige- und Bedienelementen lassen sich auch programmatisch steuern, beispielsweise das Deaktivieren/Ausgrauen von Bedienflächen, etc.

Die Programmierung hinter der „Frontpanel-Kulisse“ erfolgt in LabVIEW auf Ebene des sog. Blockdiagramms, in der z.B. Funktionsblöcke oder andere Programmteile grafisch miteinander verknüpft werden. Für zahlreiche Aufgaben erlaubt diese grafische Programmierung eine einfache, teils intuitive Umsetzung einer Programmstruktur – vorausgesetzt, der Programmierer/Entwickler berücksichtigt die empfohlenen „Style Guides“ von NI. Insofern der LabVIEW-Code ausreichend dokumentiert ist – wie es bei jeder Programmiermethode üblich ist – lässt sich die Struktur eines Programms oder gesamten Projekts effektiv warten und weiterentwickeln. Dieser Aspekt wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit auch für einen potenziellen nachfolgenden Entwickler bedacht!

Die Fa. National Instruments bietet zudem eine umfangreiche Produktpalette von Gerätekompenten an, die sich komfortabel z.B. auf einem Standard-PC einbinden lassen. Es werden nicht nur entsprechende Treiber und Beispiele für eine Programmierung mit LabVIEW bereitgestellt, sondern auch Bibliotheken für Programmiersprachen wie C, C++ und C#. Je nach Anforderung sind auch kostengünstige Gerätekompenten erhältlich, mitunter über eine Zeitspanne von etlichen Jahren. Die Anschaffungskosten der eingesetzten Komponenten von NI (PCI-Karten, Signalkabel, Anschlussblöcke und Zubehör) beliefen sich auf knapp 4000 Euro (netto), die zusätzlichen Kosten für den Industrie-PC (Gebrauchware) fielen dabei kaum ins Gewicht. Ebenso attraktiv war die Tatsache, dass die Entwicklungsumgebung LabVIEW inklusive zahlreicher Module/Toolkits als Campus-Lizenz bereitgestellt wurde.

4.5 Beschreibung der Anlagenbereiche: (A) Hauptkonsole und (B) Nebenkonsole

In diesem Abschnitt werden die Instrumente und Betriebsgeräte näher betrachtet, die sich in der Hauptkonsole (A) „Main Cabinet“ und der daneben stehenden Nebenkonsolen (B) „ECR Pod“ befinden. Im Rahmen dieser Arbeit kann nur eine kurze Beschreibung zu den Konsolen samt Instrumentierung wiedergegeben werden. Ausführliche Informationen sind der Original-Dokumentation zur PECVD-Anlage bzw. den darin enthaltenden Anleitungen und Datenblättern zu entnehmen!

Abb. 4.3 gibt zur Orientierung der Instrumentierung eine reale Ansicht wieder, die durch die schematische Übersicht in Abb. 4.4 ergänzt wird, inwiefern z.B. ein Instrument mit einer korrespondierenden Komponente verknüpft ist.

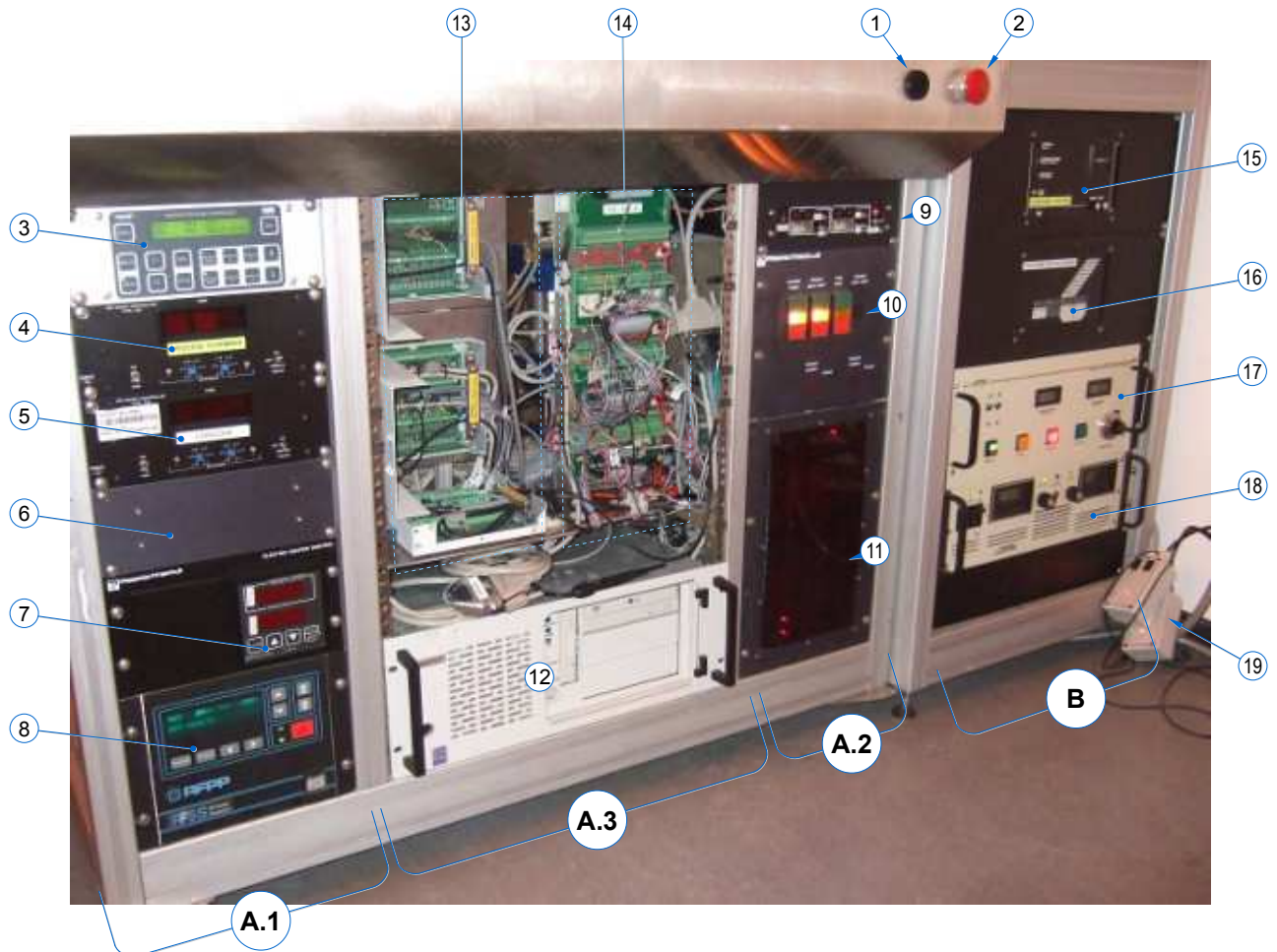


Abb. 4.3: Ansicht der Haupt- und Nebenkonsole der PECVD-Anlage „Plasma-Therm SLR770 ECR“

A Hauptkonsole PECVD-Anlage „Main Cabinet“

- ① Akustischer Alarmgeber „BUZZER“
- ② Notaus-Schalter „EPO“

A.1 Hauptkonsole PECVD-Anlage, Einbauten links

- ③ Druckregleinheit: Controller VAT PM-5
- ④ Druckmessröhre/-gerät: MKS ION 290C (**PCH**)
- ⑤ Druckmessröhre/-gerät: MKS ION 290C (**LL**)
- ⑥ Konsolenblende, Rückseite: „Relais-Modul II“
- ⑦ Substratheizung: u.a. PID-Regler WATLOW 945
- ⑧ RF-Generator (13,56 MHz): RFPP RF5S

A.2 Hauptkonsole PECVD-Anlage, Einbauten rechts

- ⑨ Anpassungsnetzwerk für (8): AM-5 (RF-Matching)
- ⑩ Hauptschalter: PECVD-Anlage u. Drehschieberpumpen
- ⑪ Einbau „Relais-Modul I“ (hinter roter Sichtblende)

A.3 Hauptkonsole PECVD-Anlage, Einbauten mittig

- ⑫ Industrie-PC für Steuerung [DEV-IPC]
- ⑬ NI-Komponenten: Anschlussblöcke (AI, AO)
- ⑭ NI-Komponenten: Anschlussblöcke (DI, DO)

B Nebenkonsole PECVD-Anlage „ECR Pod“

- ⑮ Betriebsgerät: NT151 (Turbovac 151C / **LL**)
- ⑯ Betriebsgerät: NT20 (Turbovac 1000C / **PCH**)
- ⑰ Betriebsgerät für Magnetron: AX2110
- ⑱ Netzgerät für ECR-Magnet: EMS 27-185

Sonstiges:

- ⑲ Wasserleckmelder: Gewas 181A (noch nicht an Wand installiert)

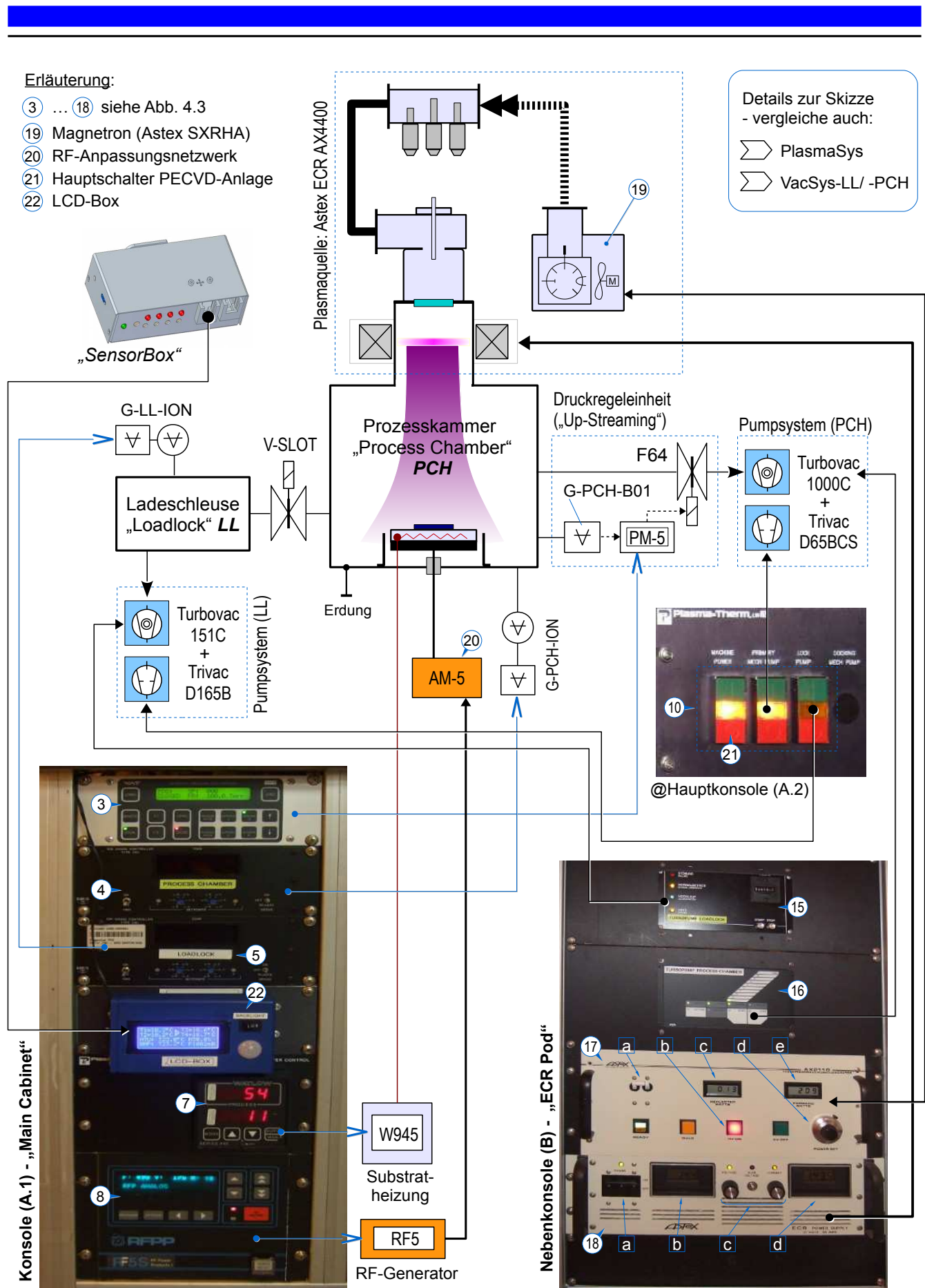


Abb. 4.4: Übersicht zu korrespondierenden Komponenten der Haupt- und Nebenkonsole

4.5.1 Instrumentierung der Hauptkonsole (A) - „Main Cabinet“

Zur kategorischen Beschreibung wird die Hauptkonsole mit Abb. 4.3 in drei Konsolensegmente (A.1), (A.2) und (A.3) unterteilt. Oberhalb davon ist der akustische Alarmgeber (1) und der schnell zugängliche Notausschalter (2) zu sehen.

In dem linken **Konsolensegment (A.1)** sind integriert (Abb. 4.3 und 4.4):

- ein adaptiver **Druckcontroller** (3) „PM5“ der Fa. VAT, der ein wesentlicher Bestandteil der Druckregeleinheit ist und ein Bedientastenfeld mit beleuchtetem LC-Display besitzt. Wie in Abschnitt 4.3.1 erwähnt, wird der aktuelle Druck in der Prozesskammer mit der Messröhre G-PCH-B01 erfasst. Dieser Istwert wird auf der Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation angezeigt und lässt sich optional auch auf dem LC-Display ausgeben. Er dient zur Regelung eines gewünschten Prozessdrucks, der manuell über das Bedientastenfeld vorgegeben wird. Der Druckcontroller bestimmt über eine geschlossene PID-Regelschleife den Öffnungsgrad bzw. die Position des Plattenschieberventils F64, wodurch sich ein definierter Gasdruck in der Prozesskammer einstellt. Mit der Funktion „LEARN“ können geeignete PID-Parameter selbstständig vom Controller ermittelt werden.
- ein **Auswerte- und Anzeigeinstrument** (4) „290C Charge Rate Ion Gauge Controller“ der Fa. MKS Instruments, das mit der passiven Vakuummessröhre G-PCH-ION den Druck in der Prozesskammer (*PCH*) bestimmt. Details zur genaueren Position und Funktionsweise dieser Bayard-Alpert-Messröhre (Typ 274) werden in Abschnitt 4.7 geschildert. Der Druckmesswert wird über eine rot leuchtende Anzeige auf der Gerätefront (im Bild nicht zu sehen) angezeigt sowie auf der Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation.
- ein **Auswerte- und Anzeigeinstrument** (5) „290C Charge Rate Ion Gauge Controller“ der Fa. MKS Instruments, das mit der passiven Vakuummessröhre G-LL-ION den Druck in der Ladeschleuse (*LL*) misst. Details zur genauen Position der Bayard-Alpert-Messröhre (Typ 274) werden in Abschnitt 4.6.1 beschrieben; die reale Ansicht einer solchen Messröhre ist in Abb. 4.8 zu sehen. Der Druckmesswert wird über eine rot leuchtende Anzeige auf der Gerätefront (im Bild nicht zu sehen) angezeigt sowie ebenfalls auf der Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation (siehe Kapitel 6).
- ein **Relais-Modul II** (6), welches auf der Rückseite der schwarz eloxierten Konsolenblende montiert ist (in Abb. 4.4 wird diese Blende von einer „LCD-Box“ verdeckt). Dieses eigens entwickelte Modul besitzt insgesamt zehn mechanische Relais, die über eine digitale Ausgabekarten bzw. den Industrie-PC geschaltet werden und unter anderem Vakuumventile ansteuern. Um welches Ventil oder ähnlichem es sich im Detail handelt, wird in der „Pfadtabelle“ in **Control-Sys-DIO** und **VacSys-LL/-PCH** ausgeführt.
- ein **PID-Temperaturregler** (7) Typ 945A der Fa. Watlow, der sich zusammen mit einem Halbleiterrelais in der sog. „Electric Heater Control“ befindet. Damit ist es möglich, eine Widerstandsheizung zu betreiben, die in der Plattform bzw. der RF-Arbeitselektrode integriert und mit einem Temperatursensor versehen ist. Weitere Details werden im Abschnitt 4.8 (Substrat-Heizsystem) beschrieben.

- ein **RF-Generator** (8) RF-5 der Fa. RFPP, welcher der Erzeugung und Anregung eines Niederdruckplasma dient. Am RF-Ausgang (Impedanz: 50 Ohm) liefert der Hochfrequenzgenerator eine Leistung bis 500 W bei einer Grundfrequenz von $f_{\text{RF}} = 13,56 \text{ MHz}$. Das Gerät verfügt über Bedientasten, um z.B. die gewünschte RF-Leistung oder Bias-Spannung manuell einzustellen. Angaben zum Betriebsmodus, der abgestrahlten und reflektierten RF-Leistung werden auf der zweizeiligen LCD-Matrix wiedergegeben. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgten die Parametervorgaben über eine analoge Steuerung bzw. die PECVD-Applikation, ebenso das Auslesen der reflektierten RF-Leistung. Für eine effektive Einkopplung der RF-Leistung in das Niederdruckplasma ist eine Impedanzanpassung erforderlich, die von der Einheit „Automatic Matching AM-5“ realisiert wird, Details siehe Abschnitt 4.9. Diese Einheit besitzt auch eine Bedienfront für die Wahl zwischen manueller und automatischer Impedanzanpassung, siehe Konsolensegment (A.2).

Hinter dem Konsolensegment (A.1) ist der apparative Aufbau für die Ladeschleuse installiert, wie Rohrleitungen, Vakuumventile und Druckmessröhren, siehe Abschnitt 4.7.

In der rechten Konsolensegment (A.2) sind integriert (Abb. 4.3):

- ein **Bedienelement** (9), das ein Bestandteil der Einheit „Automatic Matching AM-5“ ist und mit dem sich die Impedanzanpassung für die RF-Anregung manuell oder automatisch einstellen lässt (Kippschalter). Über zwei Zeigerinstrumente auf der Gerätefront lässt sich für eine manuelle Anpassung die Position der beiden variierbaren Kondenstoren „Tune“ und „Load“ ablesen, [EqMan1]. In diesem Bedienelement ist u.a. eine Elektronik zur Ansteuerung des RF-Anpassungsnetzwerks untergebracht („Matching Box“), das mittig im hinteren Bereich der Hauptkonsole platziert ist.
- drei **Druckschalter-Paare** (10), die über ein wechselseitig wirkendes Schutzrelais folgende Komponenten ein- oder ausschalten:
 - links (21) - „MACHINE POWER“: Ein-/Ausschalter der PECVD-Anlage („Disconnect Box“)
 - mittig - „PRIMARY MECH PUMP“: Ein-/Ausschalter d. Drehschieberpumpe D65BCS (*PCH*)
 - rechts - „LOCK PUMP“: Ein-/Ausschalter der Drehschieberpumpe D16B (*LL*)

Über den grünen Druckschalter wird die jeweilige Komponente eingeschaltet und die darunter liegende Betriebsleuchte leuchtet orange auf. Ein Ausschalten erfolgt durch Betätigen des roten Druckschalters.

- **Relais-Modul I** (11), welches insgesamt 34 mechanische Relais besitzt, die über eine digitale Ausgabekarten bzw. den Industrie-PC angesteuert werden und letztlich z.B. ein Ventil öffnet. Der aktive Schaltzustand eines Relais wird mit einer rot leuchtenden LED angezeigt, die durch die rötlich transparente Abdeckscheibe gut sichtbar ist. Dieses eigens entwickelte Modul dient zur elektrischen Lasttrennung zwischen der digitalen Ausgabekarte und einem zu schaltenden Bauteil mit hoher Stromaufnahme; bedingt ist auch eine galvanische Trennung möglich. Überwiegend werden mit diesem Relais-Modul sog. Pneumatik-Module („PneuM“) angesteuert, die über Schläuche auf Druckluft betriebene Absperrventile der Gasversorgungseinheit wirken. Der Verlauf eines konkreten „Ansteuerungspfades“ wird in Kapitel 5 (*ControlSys-DIO*) veranschaulicht.

Hinter dem Konsolensegment (A.2) befindet sich eine separate Einhausung, zu welcher rückseitig der Drehstromanschluss führt und in der unter anderem Schaltnetzteile für die Niederspannungen sowie eine elektrische Verteilung und Schutzrelais installiert sind.

Im mittleren Konsolensegment (A.3) sind integriert (Abb. 4.3):

- ein **Industrie-PC** (12), der in einem robusten Metallgehäuse mit 19“ Breite eingebettet ist. Der PC ist mit insgesamt vier Eingangs- und Ausgabemodulen (PCI-Karten) zur Messdatenerfassung und Steuerung ausgestattet. Über spezielle geschirmte Signalkabel sind diese Module mit diversen Anschlussblöcken verbunden, siehe nächsten Textabschnitt.
- insgesamt sieben **Anschlussblöcke**, die oberhalb des Industrie-PCs auf einem Profilgestell montiert und mit den entsprechenden PCI-Einsteckkarten verbunden sind: In der Abb. 4.3 sind links drei geschirmte Anschlussblöcke (13) „SCB-68“ für analoge Eingangs- und Ausgangssignale abgebildet, rechts vier ungeschirmte Anschlussblöcke (14) „CB-50“ für digitale Eingangs- und Ausgangssignale. Eine schematische Übersicht mit weiteren Details ist in Kapitel 5 zu finden (*ControlSys-OV*).

Hinter dem Konsolensegment (A.3) befinden sich im oberen Bereich die Hubvorrichtung (Substrat-Heizsystem, Abschnitt 4.8), Bestandteile des Vakuumsystems sowie im mittleren Bereich insbesondere das Anpassungsnetzwerk für den RF-Generator.

4.5.2 Instrumentierung der Nebenkonsole (B) - „ECR Pod“

In der Nebenkonsole (B) sind hauptsächlich untergebracht (insb. Abb. 4.4):

- ein **Betriebsgerät** (15) „Turbotronik NT151“ für die Turbomolekularpumpe „Turbovac 151C“ (*VacSys-LL*), unterhalb davon:
- ein **Betriebsgerät** (16) „Turbotronik NT20“ für die Turbomolekularpumpe „Turbovac 1000C“ (*VacSys-PCH*).

Bei diesen Betriebsgeräten handelt es sich prinzipiell um Frequenzumrichter, die auf den Betrieb eines dreiphasigen Antriebsmotors der jeweiligen Turbopumpe abgestimmt sind. Über die Gerätefront kann eine Turbopumpe manuell hoch oder herunter gefahren werden. Der aktuelle Betriebsstatus wird bei beiden Gerätefronten über LEDs angezeigt, siehe z.B. [EqMan2]. Im Rahmen des durchgeführten „Anlagen-Retrofits“ werden die Betriebsgeräte nur über die Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation angesteuert, vergleiche *ControlSys-DIO* in Kapitel 5. Für diese Funktion wurden die Betriebsgeräte entsprechend konfiguriert (Drahtbrücke auf Rückseite).

- ein **Betriebs- und Steuergerät** (17) AX2110 zur nahezu stufenlosen Leistungsregelung des Magnetrons (19) für die ECR-Plasmaquelle und Kontrolle des Betriebszustandes. Obgleich sich das Betriebsgerät extern steuern lässt (engl. remote), erfolgte die Bedienung nur manuell.

In Abb. 4.4 sind markiert: der Hauptschalter (17a), der grüne Drucktaster (17b) „HV ON“ zur Aktivierung des Magnetrons bzw. der Hochspannung und ein Zehn-Gang-Potentiometer (17d) „Power Set“ zur Einstellung der gewünschten Mikrowellenausgangsleistung. Die tatsächlich abgestrahlte Leistung ist auf der rechten LCD-Anzeige (17e) „Forward Watts“ ablesbar, die ggf. reflektierte Mikrowellenleistung auf der linken Anzeige (17c) „Reflected Watts“.

- ein **Betriebsgerät** (18) „EMS-27-185“, das zur Stromversorgung des Elektromagneten der ECR-Plasmaquelle dient und einen Gleichstrom bis 185 A liefert. Bei einer Stromstärke von 170 A wird im Joch bzw. im Rezipientenbereich der ECR-Plasmaquelle ein statisches Magnetfeld von etwa 87,5 mT erzeugt. In Abb. 4.4 sind markiert: der Hauptschalter (18a), eine LCD-Anzeige (18b) für die anliegende Spannung (Volt) und eine Anzeige (18d) für den Strom (Ampere). Beide Werte lassen sich – abhängig von der Ohmschen Last – über die Potentiometer (18c) manuell einstellen bzw. begrenzen. Im Rahmen dieser Arbeit wird die Strombegrenzung über die PECVD-Applikation gesteuert und die resultierende, erfasste Spannung auf der Benutzeroberfläche angezeigt, vergleiche Kapitel 6.

4.6 Beschreibung des Anlagenbereichs (C) - Ladeschleuse

In Abschnitt 4.2 wurde die Ladeschleuse des PECVD-Systems anhand von Abb. 4.1 bereits kurz erwähnt. An dieser Stelle folgen nun weitere Details zum wesentlichen Aufbau, dem dazugehörigen Vakuumsystem **VacSys-LL** sowie zur Funktionsweise und Bedienung.

In den Abb. 4.5 und 4.6 ist das Innere der geöffneten Ladeschleuse zu sehen, dessen Rezipient (1) aus massivem Aluminium gefertigt ist. Der Verschlussdeckel (2) lässt sich mit Hilfe der Griffstange (3) anheben, um ein Substrat einzulegen oder zu entnehmen, z.B. einen Silizium-Wafer (4). Zur exakten Positionierung eines Substrats dienen abgestufte, konzentrische Vertiefungen auf dem C-förmigen Ausleger des oberen Transferarms (5), in Abb. 4.6 auch ohne Substrat dargestellt. Beim Schließen der Ladeschleuse bzw. Absenken des Verschlussdeckels ist darauf zu achten, dass sich keine Fremdkörper auf und um den Bereich der O-Ringdichtung (6) befinden. Bereits Partikel auf der Dichtung können zu unerwünschten Leckagen führen. Des Weiteren müssen die Kontaktschalter an den Positionen (7) und (8) sicher schließen, damit die volle Funktionalität u.a. des Pumpsystems verfügbar ist. Um beispielsweise einen Wafer in die Prozesskammer zu transferieren, muss der Verschlussdeckel geschlossen und der Druck zwischen der Kammer und Ladeschleuse angeglichen sein (üblicherweise im Fein- oder Hochvakuumbereich). Sobald das Schleusenventil V-SLOT geöffnet ist, das zuvor beide Rezipienten abtrennte, kann das Substrat mittels Transferarm in die Prozesskammer eingeschleust und positioniert werden, was mit der Pfeilmarkierung (9) angedeutet ist. Zu Kontrollzwecken von Schleusenvorgängen dient ein Sichtfenster (10).

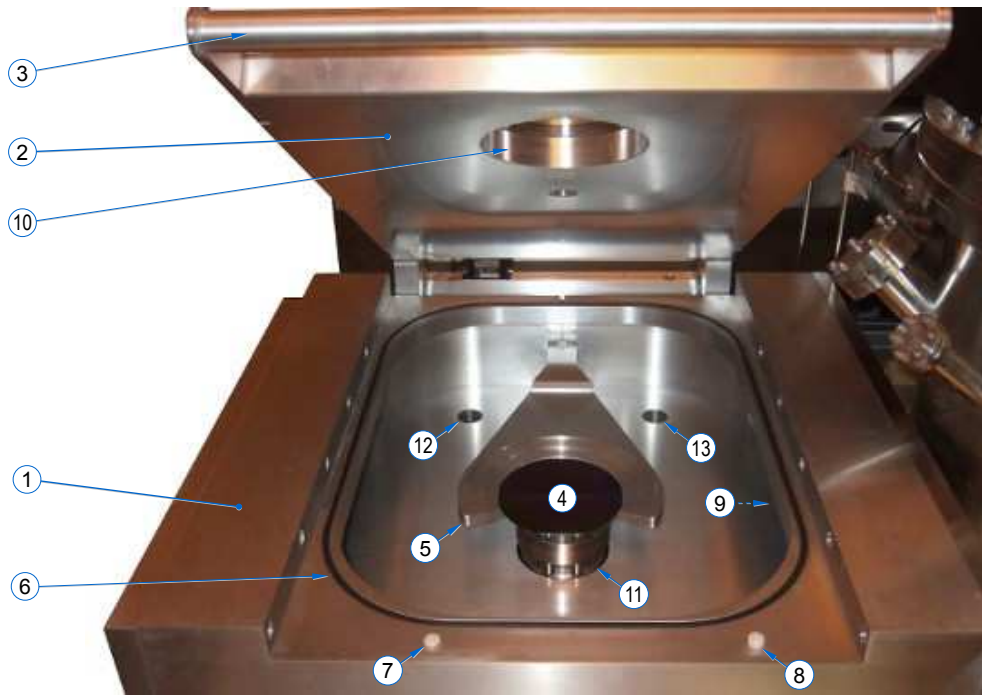


Abb. 4.5: Ansicht der geöffneten Ladeschleuse - „Home Position“



Abb. 4.6: Ansicht von Ladeschleuse und Übergangsbereich zu Ventil V-SLOT

- | | |
|---|---|
| ① Rezipient der Ladeschleuse (Al, Vollmaterial) | ⑧ Kontaktschalter: Interlocksystem |
| ② Verschlussdeckel (Al, Vollmaterial) | ⑨ Richtung Ventil V-SLOT / Prozesskammer |
| ③ Griffstange von Verschlussdeckel (2) | ⑩ Kreisausschnitt in (2) für Sichtfenster |
| ④ Wafer (Beispiel: Silizium, Durchmesser 10 cm) | ⑪ Transferarm: unterer Teil bzw. Antriebsachse |
| ⑤ Transferarm bzw. Ausleger mit Abstufungen | ⑫ Bohrung für Druckmessung |
| ⑥ O-Ringdichtung (NBR, in Nut liegend) | ⑬ Bohrung für Vorvakuumleitung |
| ⑦ Kontaktschalter: Freigabe Pneumatik | ⑭ Kreisausschnitt für Pumpsystem (Turbopumpe) |

4.6.1 Ladeschleuse - Erweiterung des Vakuumsystems (VacSys-LL)

Beim ursprünglichen Aufbau der Ladeschleuse war die Turbomolekularpumpe²⁶ direkt unterhalb an dem Rezipienten angeflanscht, vergleiche Position in Abb. 4.6-(14). Folglich war es notwendig, diese Hochvakuumpumpe bei jedem Schließvorgang hoch- und wieder herunterzufahren, um ein Substrat bei geöffneter Ladeschleuse bzw. Atmosphärendruck zu handhaben. Abgesehen von einer übermäßigen Beanspruchung dieser Pumpe während der Beschleunigungsphasen (u.a. erhöhter Lagerverschleiß), erwies sich vor allem das Ausschleusen und die Entnahme eines Substrats nach einer Plasmabehandlung als äußerst langwierig (einige Minuten); in manchen Fällen war dies sogar hinderlich, da empfindliche Schichten nach einem PECVD-Prozess z.B. möglichst rasch untersucht werden mussten.

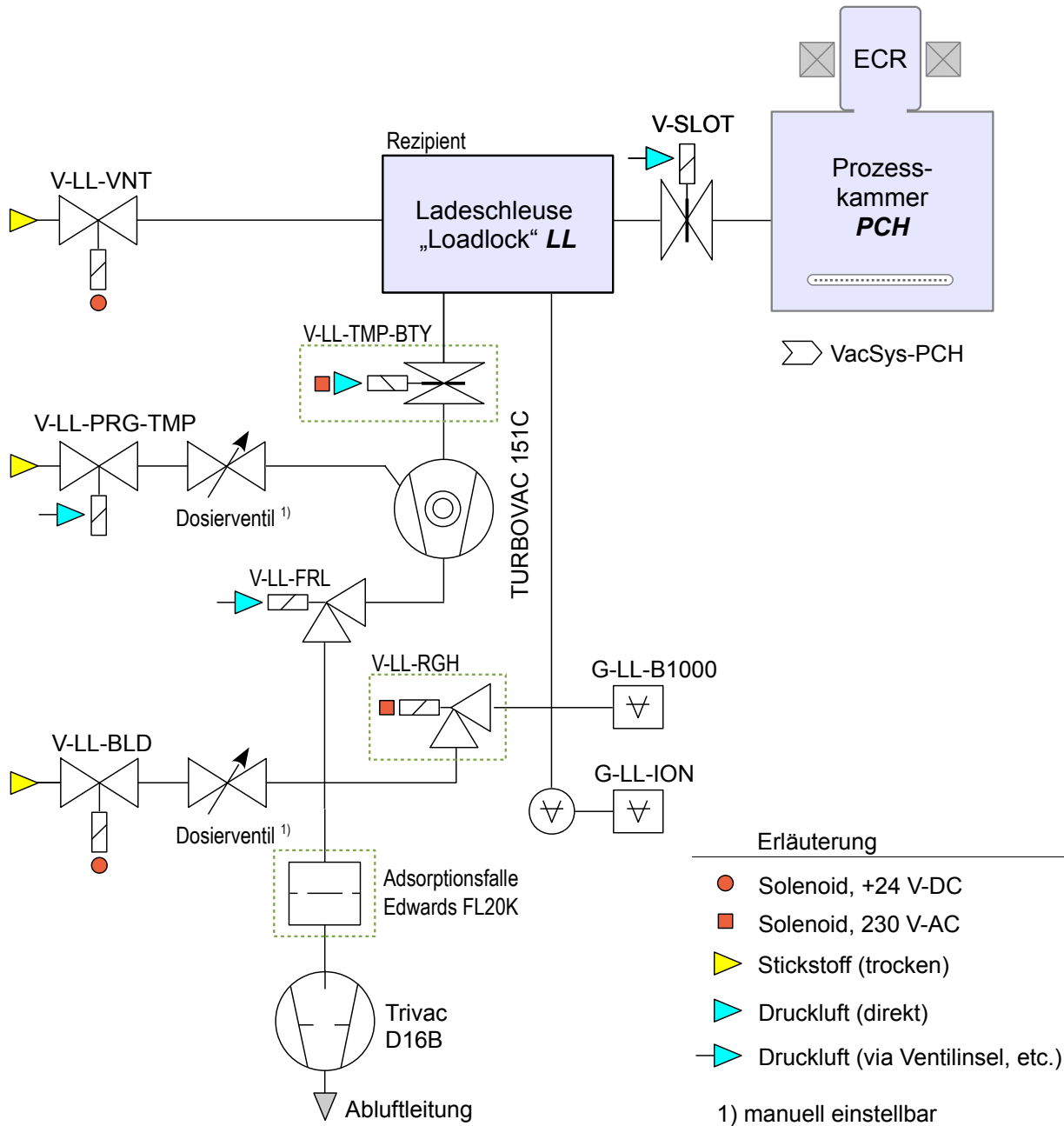


Abb. 4.7: Schematische Darstellung des Vakuumsystems für Ladeschleuse (VacSys-LL)

²⁶ Leybold/Oerlikon Turbovac 151C, HV-Flansch: ISO-K DN100, nominales Saugvermögen (N₂): 145 l/s

Aus diesem Grund wurde das Vakuumpumpensystem der Ladeschleuse **VacSys-LL** erweitert und umgebaut. In Abb. 4.7 ist dieses Vakuumsystem schematisch dargestellt, die Modifikationen sind dabei mit einer grünen Umrandung versehen und beinhalten:

- ein pneumatisch betriebenes Schmetterlingsventil **V-LL-TMP-BTY** :

Dieses Ventil wird insbesondere während eines Schleusenvorgangs geschlossen, damit die Turbopumpe **Turbovac 151C** stetig im Betrieb bleiben und in der Ladeschleuse sogar Atmosphärendruck herrschen kann. Dadurch sind Schleusenvorgänge deutlich rascher durchführbar (<1 Minute) und die Einsatzdauer der Pumpe wird verlängert (Wartungsintervall). Zudem wirkt dies einer Ölrückströmung aus dem Vorvakuumssystem entgegen, welche ursächlich von der zweistufigen, ölgedichteten Drehschieberpumpe²⁷ **Trivac D16B** stammt.

- ein elektrisch betriebenes Eckventil **V-LL-RGH** :

Dieses Vakuumventil ist notwendig, um die Ladeschleuse für den Einschleusevorgang zu evakuieren und an den Arbeitsdruck der Turbopumpe anzugleichen (Feinvakuumbereich, FV). Für diesen kurzen Moment muss das Vorvakuumventil **V-LL-FRL** geschlossen sein, damit keine rückseitige Gaseinströmung in die Turbopumpe erfolgt! Erst bei ausreichender Evakuierung wird das Vakuumventil **V-LL-RGH** wieder geschlossen und das Schmetterlingsventil **V-LL-TMP-BTY** darf geöffnet werden.

- eine **Adsorptionsfalle**, Typ Edwards FL20K (engl. foreline trap):

Im Inneren dieser Falle befindet sich ein spezielles Granulat aus aktiviertem, hoch porösem Aluminiumoxid²⁸, das eine störende Rückströmung von Ölnebel und -dampf aus der Drehschieberpumpe **Trivac D16B** effektiv (unter-)bindet. Sobald das Granulat gesättigt ist, sollte es ausgetauscht werden; es erscheint dann nicht mehr weiß, sondern bräunlich (gelegentliche Sichtprüfung des Granulats über den Ausgangsflansch).

Erläuterung der weiteren Komponenten in Abb. 4.7: Eine Belüftung der Ladeschleuse erfolgt mit Hilfe des Gasventils **V-LL-VNT**, typischerweise mit trockenem Stickstoff. Dieses Gas kann auch eingesetzt werden, um die Turbopumpe (insbesondere Rotorlagerung) vor korrosiven Gasen zu schützen. Hierfür dient das Gasventil **V-LL-PRG-TMP**, das Schutzgas lässt sich mit einem Dosierventil manuell gezielt einstellen. Um eine Ölrückströmung der Vakuumpumpe **Trivac D16B** zu reduzieren kann das Gasventil **V-LL-BLD** genutzt werden. Die Betriebsart der Ventile (Druckluft oder elektrisch bzw. mittels Solenoid) ist in der Erläuterung in Abb. 4.7 vermerkt. Zur Druckmessung dienen die Vakuummessröhren **G-LL-B1000** und **G-LL-ION**, Details dazu werden in Abschnitt 4.7 erläutert. Der Rezipient der Ladeschleuse grenzt an das Vakuumsystem der Prozesskammer an bzw. an das Schleusenventil **V-SLOT**.

Die Bedienung der Komponenten des Vakuumsystems **VacSys-LL** hängt vom jeweiligen Arbeitsschritt ab (z.B. Schleusenvorgang) und wird im Rahmen der LabVIEW-Applikation beschrieben, siehe Kapitel 6, insbesondere Tabelle 6.1.

Die genannten Maßnahmen zur Verminderung von Öldämpfen im Bereich der Ladeschleuse wirkten sich positiv auf die Prozessführung aus, insbesondere auf die Reproduzierbarkeit und Qualität der erzeugten CVD-Schichten. Trocken verdichtende Vorvakuumumpen wie z.B. Scrollpumpen bieten sich als Ersatz für eine Drehschieberpumpe durchaus an, können aber aufgrund von staubhaltigem Abrieb der Dichtflächen (sog. tipseals) andere Probleme ergeben. Eventuell vorhandene Öldämpfe lassen sich meist effektiver mittels chemischer Plasmareinigung entfernen als partikelartige Ablagerungen.

²⁷ nominales Saugvermögen: 16 m³/h, Betriebsmittel: Standardöl Oerlikon LVO100

²⁸ aktive Oberfläche typischerweise: über 200 m²/g

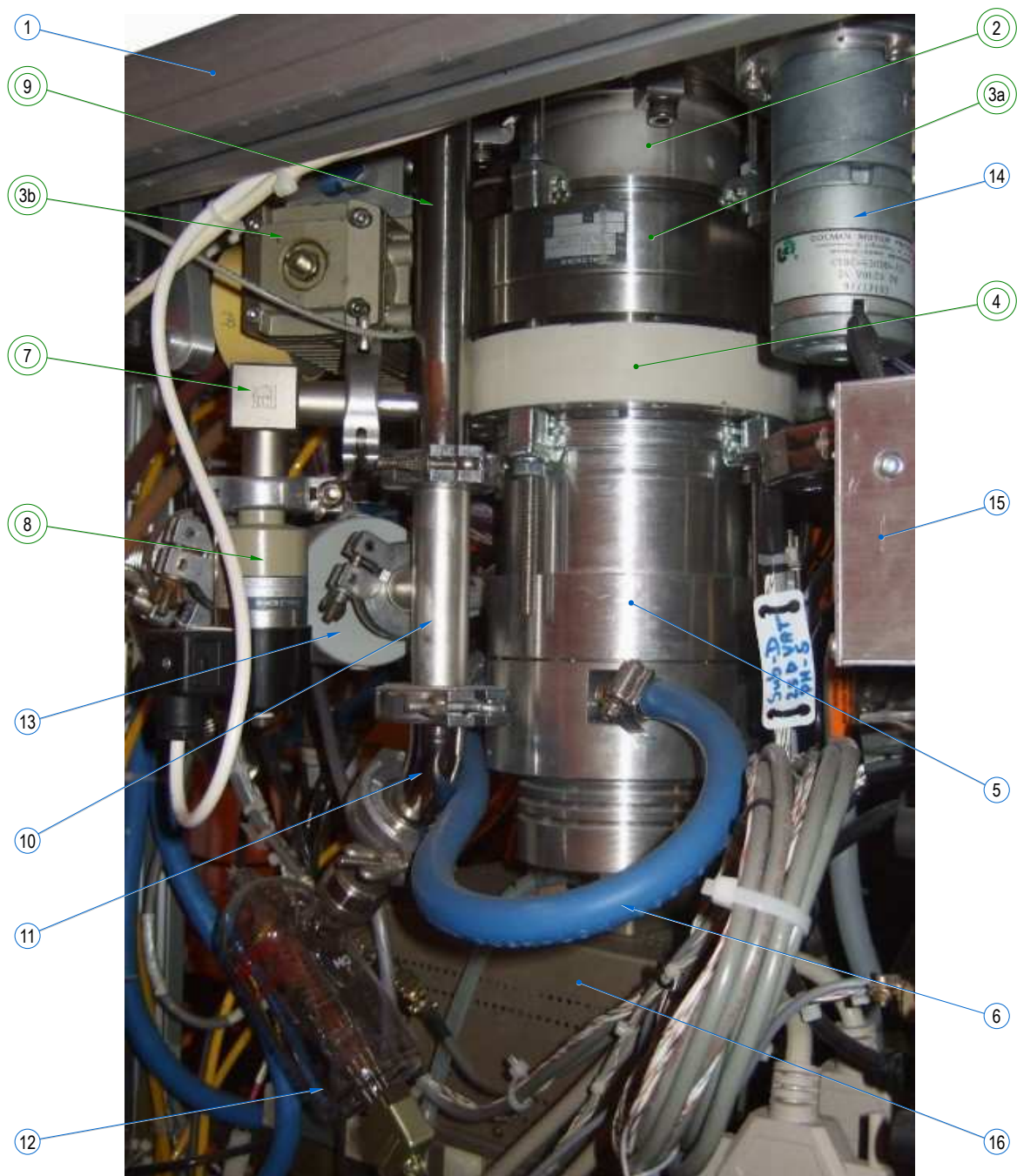


Abb. 4.8: Umbau und Erweiterung der Ladeschleuse (LL)

- | | |
|---|--|
| ① Vierkantprofil (Aluminium) | ⑨ T-Stück KF16 mit Verlängerung |
| ② Zwischenstück ISO-K DN100 | ⑩ T-Stück KF16 |
| ③a Schmetterlingsventil (V-LL-TMP-BTY) | ⑪ Rohrbogenstück KF DN16, 45° |
| ③b Antriebseinheit (pneumatisch) von (3a) | ⑫ UHV-Messröhre (Bayard-Alpert, G-LL-ION) |
| ④ Mess-Zwischenstück ISO-F DN100/KF16 | ⑬ GV-Messröhre (Baratron, G-LL-B1000) |
| ⑤ Turbopumpe Turbovac 151C [Dev.XYZ] | ⑭ Antriebsmotor von Transferarm-System |
| ⑥ Kühlwasserschlauch für Turbopumpe (5) | ⑮ Gehäuse (Teilansicht) von VAT-Controller PM-5 |
| ⑦ Eckstück KF DN16 | ⑯ Gehäuse von Anpassungsnetzwerk AM-5 |
| ⑧ Eckventil (V-LL-RGH), elektrisch | vergleiche auch:  VacSys-LL |

Abb. 4.8 zeigt wesentliche Aspekte der beschriebenen Erweiterung und welche Zusatzkomponenten verbaut wurden; mit einem grünen Doppelring sind alle Komponenten markiert, die ergänzt wurden, vergleiche auch Abb. 4.7. Das Zwischenstück (2) war erforderlich, damit das Schmetterlingsventil (3a) bzw. die innere Abdichtplatte ausreichend Schwenkspielraum hatte. Weiterhin musste ein Mess-Zwischenstück (4) integriert werden, um eine zusätzliche Vorvakuumleitung mit Eckstück (7) und Eckventil (8) zu installieren. Das T-Stück (9) wurde verlängert, so dass die Messröhre (13) vertikal versetzt eingebaut werden konnte. Zur Vervollständigung und Orientierung sind weitere Komponenten in der Legende vermerkt, wie z.B. die Turbopumpe (5) oder auch das Gehäuse (16).

4.7 Beschreibung des Anlagenbereichs (D) - Plasmaprozesskammer

In Abschnitt 1.2 wurde anhand von Abb. 4.1 die Prozesskammer des PECVD-Systems nur kurz erwähnt. In diesem Abschnitt werden nun Details zum Aufbau des dazugehörigen Vakuumsystems geschildert, einschließlich der Hinweise zur Funktion und Bedienung einzelner Komponenten. Insbesondere anhand von CAD-Zeichnungen wird zudem ein vereinfachter Einblick in das Innere der Prozesskammer gegeben. Im darauf folgenden Abschnitt wird die Plattform der Prozesskammer näher betrachtet, auf der ein Substrat (z.B. Wafer) für einen Plasmaprozess positioniert wird. Diese Plattform beinhaltet eine Substrat-Heizung (Abschnitt 4.8) und kann außerdem der Erzeugung und RF-Anregung eines Niederdruckplasmas dienen.

In Abb. 4.8 ist der wesentliche Aufbau der Prozessanlage zu erkennen, der sich in zwei Bereiche aufteilen lässt:

Im unteren Bereich der Abbildung ist der **Hauptrezipient (D.1)** zu sehen, in welchem die Plasma-basierten Oberflächenbehandlungen von Substraten mit einem Niederdruckplasma stattfinden; links daneben ist noch ein Teil der angrenzenden Ladeschleuse (1) zu erkennen. Der Rezipient samt diverser Zugänge (Flansche/Ports) und nahezu alle vakuumtechnischen Bauteile bestehen aus rostfreiem, nicht-magnetischen Edelstahl. Für Wartungsarbeiten oder Umbauten dient der Verschlussdeckel (2), der sich über die Verriegelung (3) öffnen lässt. An beiden Ports des Verschlussdeckels sind im aktuellen Fall zwei Schaugläser (4) installiert, um z.B. die Prozessführung zu beobachten. Weitere Ports befinden sich u.a. seitlich vom Rezipienten, die entweder noch frei sind (blindgeflanscht) oder auch mit einem Schauglas versehen sind wie bei dem Port (5). Eine anschauliche Darstellung zum Aufbau des Hauptrezipienten sowie spezifische Angaben zur Geometrie erfolgt weiter unten in Abb. 4.14 und Abb. 4.15. Zur Kontrolle der Oberflächentemperatur des Rezipienten wurde einst ein thermochromer Indikator (5) angebracht, Temperaturbereich: ca. 41 bis 71 °C. Mit dem elektronischen Pyrometer (7) lässt sich die Temperatur eines Substrates bis 1000 °C ermitteln, [DEV-Pyro]. Die aktuelle Temperatur wird auf dem Display (8) angezeigt, darüber hinaus verfügt das Pyrometer über einen analogen Messwertausgang. Laut dem Hinweis des „Vorbenutzers“ ist zu beachten, dass das Vakuumschieberventil (9) während eines Plasmaprozesses geschlossen ist, was durch Drehen der Handbetätigung (10) erfolgt. Details zum entsprechenden Vakuumsystem **VacSys-PCH** werden in Abschnitt 4.7.1 ausgeführt.

Im mittleren Bereich der Abbildung 4.9 befindet sich die **ECR-Plasmaquelle (D.2)**, verdeckt durch das schwarze Gehäuse des ringförmigen Elektromagneten (12). Dieser kleine Teilbereich des Rezipienten ist in den Abb. 4.2-(12), **PlasmySys** oder Abb. 4.14 und 4.15 gut erkennbar. Oberhalb des Elektromagneten sind die Komponenten zur Erzeugung, Regelung und Führung der Mikrowellenstrahlung angesiedelt, die in die ECR-Plasmaquelle (D.2) eingekoppelt werden.

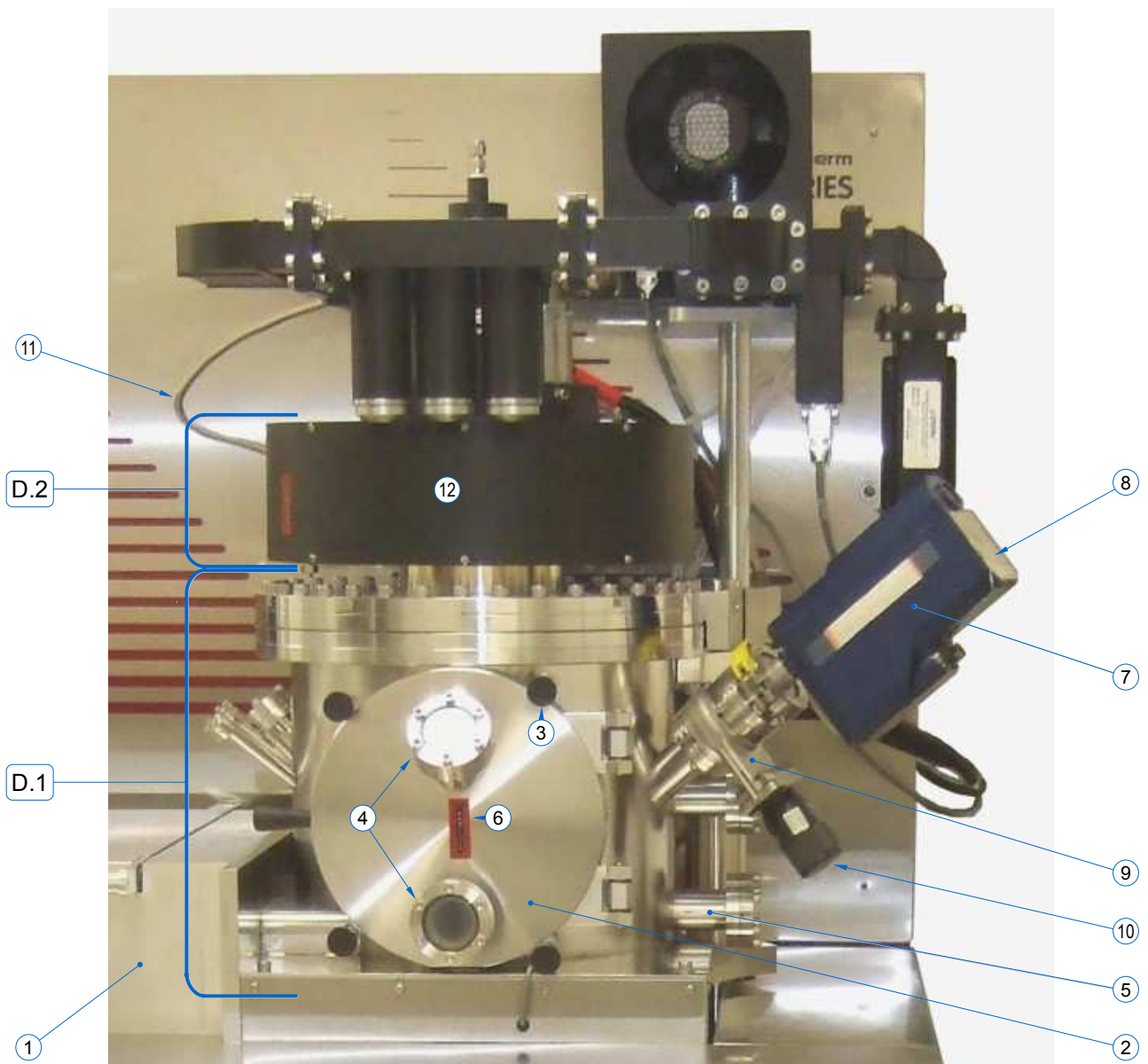


Abb. 4.9: Detailansicht der Prozesskammer und Komponenten

D.1 Hauptrezipient für PECVD-Prozesse

- ① Rezipient der Ladeschleuse, Teilansicht
- ② Tür / Verschlussdeckel von Prozesskammer
- ③ Verriegelung (Verschlusschraube 1 von 4)
- ④ Schaugläser (CF40) für Prozessbeobachtung
- ⑤ CF-Flansch z.B. für Schauglas, etc.
- ⑥ Temperaturindikator (thermochrom)

D.2 ECR-Plasmaquelle (Teilrezipient oben)

- ⑦ Elektron. Pyrometer, Fa. Heimann, [DEV-Pyro]
- ⑧ Bedienfeld und Display von Pyrometer (7)
- ⑨ Vakuumschieberventil mit CF-Schauglas
- ⑩ Handbetätigung von Vakuumventil (9)
- ⑪ Gaszufuhr „Gasleitung A“ für ECR-Quelle
- ⑫ ECR-Elektromagnet für Plasmaquelle

4.7.1 Prozesskammer - Beschreibung des Vakuumsystems (*VacSys-PCH*)

In Abb. 4.10 ist das Vakuumsystem skizziert, das für die Versorgung und den Betrieb der Prozesskammer zuständig ist. Dieses Teilsystem namens **VacSys-PCH** ist aufgrund der Anforderungen komplexer aufgebaut als jenes der Ladeschleuse **VacSys-LL**. Prinzipiell arbeiten sie unabhängig voneinander, nur das Schleusenventil **V-SLOT** verbindet beide Teilsysteme bzw. Rezipienten miteinander.

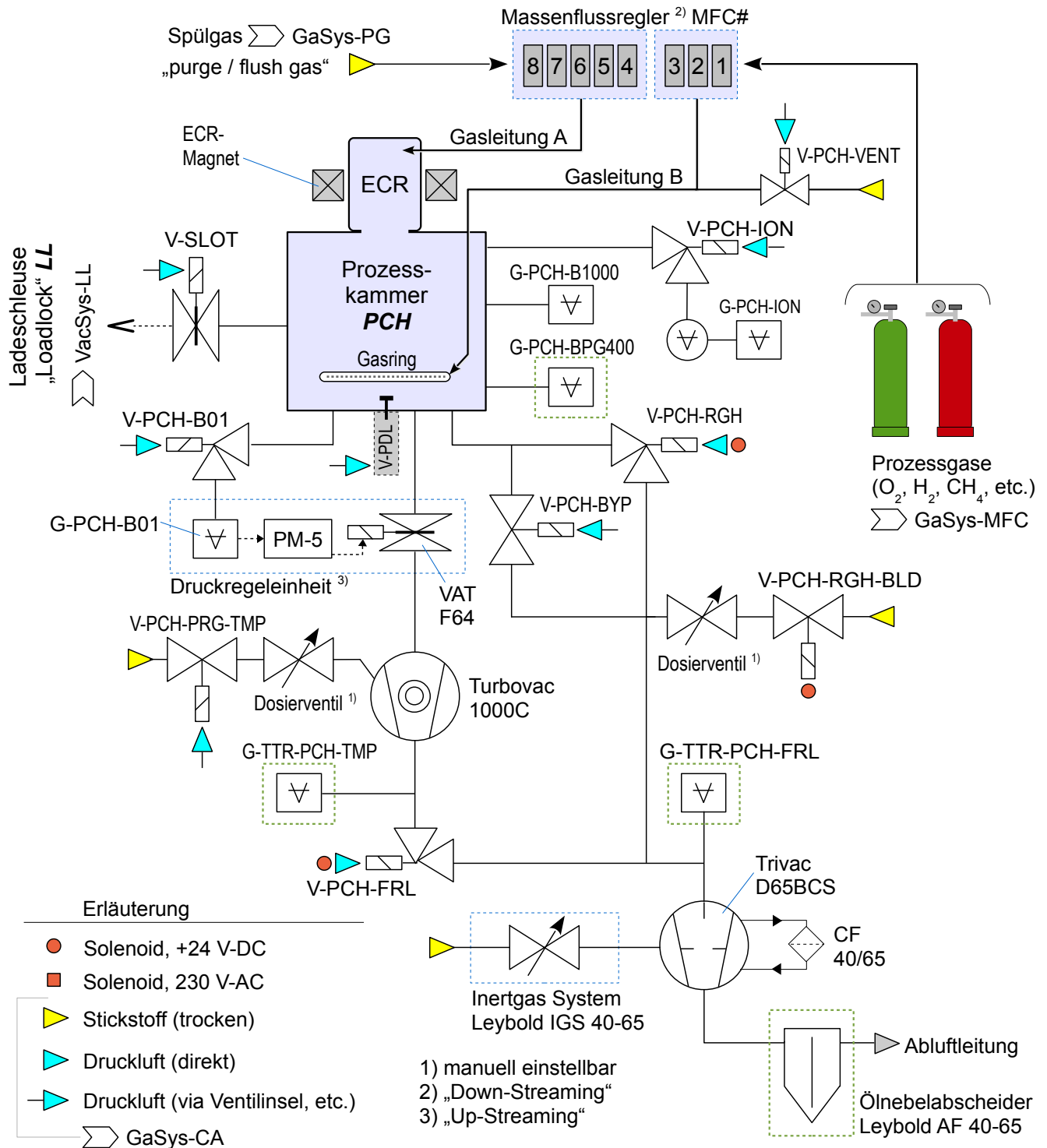


Abb. 4.10: Vakuumsystem für die Prozesskammer (**VacSys-PCH**), Erläuterung im Text

Zu den wesentlichen Anforderungen des Vakuumsystems **VacSys-PCH** gehören das Erreichen eines Enddrucks im Rezipienten, um einen Prozess bei einem bestimmten Basisdruck beginnen zu können sowie das Einstellen eines stabilen Druckverhältnisses während einer plasmabasierten Oberflächenbehandlung. Für den zweiten Aspekt ist es auch relevant, einen definierten Gasdurchsatz für Reaktionen in einem Niederdruckplasma bereitzustellen. Daher ist sowohl die Zufuhr von Prozessgasflüssen (Edukte) regulierbar gestaltet als auch das Entfernen von gasförmigen Produktrückständen bzw. die dafür einstellbare Saugleistung.

Die Zufuhr eines **Prozessgases** oder bereitgestellten Gasgemisches erfolgt individuell mit Hilfe eines **Massenflussreglers**. Das Funktionsprinzip eines solchen Reglers und der apparative Aufbau der Gasversorgungseinheit („Gas Enclosure Panel“) wird im Abschnitt 4.11 dargestellt. Im Teilsystem **GaSys-MFC** ist auch vermerkt, welche Gase zum aktuellen Zeitpunkt eingesetzt wurden. Die Prozessgase und Gemische werden der **Prozesskammer** über zwei Rohrleitungen zugeführt: mit der **Gasleitung A** wird die ECR-Plasmaquelle versorgt, während über die **Gasleitung B** die Prozessgase über einen sog. **Gasring** im unteren Teil des Rezipienten gleichmäßig verteilt werden. In welchem Bereich des Rezipienten bestimmte Prozessgas eingesetzt werden, hängt von der Art des Plasmaprozesses ab. Durch die Regulierung der zugeführten Gasflüsse lässt sich bei einer konstanten Saugleistung ein stabiler Prozessdruck im Rezipienten erreichen.

Vor der Prozessdurchführung sind geeignete Bedingungen wie ein definierter Druck im Rezipienten erforderlich. Mit Hilfe eines Vakuumpumpensystems, das aus einer Kombination einer Hochvakuumpumpe²⁹ **Turbovac 1000C** (Fa. Leybold/Oerlikon) und nachfolgenden Vorvakuumpumpe **Trivac D65BCS** (Fa. Leybold/Oerlikon) besteht, kann ein Basisdruck von mindestens 10E-6 mbar erreicht werden. Dies ist z.B. zweckmäßig, wenn der Rezipient durch eine lange Standzeit an Atmosphäre einen hohen Grad an Wasser(-dampf) aufweist oder flüchtige Prozessrückstände entfernt werden sollen.

Die Turbomolekularpumpe (oder kurz Turbopumpe) **Turbovac 1000C** läuft bei einer konstanten Rotordrehzahl, so dass sich ihr Saugvermögen nicht direkt variieren lässt. Mit Hilfe der **Druckregeleinheit** ist es in jedoch möglich, ihr effektives Saugvermögen in einem weiten Bereich einzustellen. Hierfür dient ein PID-Regelkreis des adaptiven Druckcontrollers **PM-5** (Fa. VAT), um den aktuellen Istwert über die Druckmessröhre **G-PCH-B01** zu erfassen und mit dem gewünschten Prozessdruck (Sollwert) zu vergleichen. Bei einer Regelabweichung wird ein Schrittmotor am Plattenschieberventil **VAT F64** angesteuert und in eine bestimmte Öffnungsstellung gebracht. Auf diese Weise lässt sich der wirksame Ansaugquerschnitt bzw. das effektive Saugvermögen der Turbopumpe reduzieren (Drosselventil im Bereich der Knudsenströmung). Letztlich stellt sich ein dynamisches Gleichgewicht von Gaszufluss und Saugleistung ein, was zu einem definierten Druck im Rezipienten führt. Das Eckventil **V-PCH-B01** dient nur zum eventuellen Isolieren der Messröhre; ähnliches gilt für das Eckventil **V-PCH-ION** und die Hochvakuummessröhre **G-PCH-ION**. Durch eine geschickte Kombination von Druckregeleinheit und Massenflussreglern lassen sich Druck und Gasdurchsatz für einen Prozess sehr dosiert einstellen.

Als Vorvakuumpumpe dient eine zweistufige Drehschieberpumpe **Trivac D65BCS**, welche ein Saugvermögen von 65 m³/h besitzt und speziell für das Pumpen von sauerstoffreichen und aggressiven Gasen ausgelegt ist. Daher wird sie auch mit einem chemisch inerten Betriebsmittel auf Basis eines Perfluorpolyethers (PFPE) betrieben, Handelsbezeichnung: Fomblin^(R), Typ Y25/6. Zum kontinuierlichen Entfernen von Prozessrückständen, die unerwünscht in das Betriebsmittel gelangt sind, wurde ursprünglich eine chemische Ölfiltereinheit an das Pumpsystem installiert, Bezeichnung: **CF 40-65** (Fa. Leybold/Oerlikon) mit Kartuschen-Typ „WF-ALU“. Obwohl im Rahmen dieser Arbeit keine Notwendigkeit abzusehen war, wurde die Ölfiltereinheit instandgesetzt und erneut installiert. Um u.a. Schallemissionen von der PECVD-Anlage abzuschirmen, wurde die Drehschieberpumpe im angrenzenden Versorgungsraum untergebracht. Zur Dämpfung von Vibrationen wurde sie zusätzlich auf einen Sockel positioniert, der aus einer Kombination von Kalksandsteinen und weichen Gummimatten bestand.

29 Turbomolekularpumpe: UHV-Flansch: CF 200, nominales Saugvermögen (N₂) 1100 l/s

Zur ursprünglichen Ausstattung der Drehschieberpumpe Trivac D65BCS gehört auch ein sogenanntes **Inertgassystem**, Bezeichnung: **IGS 40-65** (Fa. Leybold/Oerlikon). Mit dem integrierten Ventil lässt sich eine definierte Gasmenge in die Pumpe einbringen, was zu einer Reduzierung von Kontaminationen im Betriebsmittel führen kann. In erster Linie wird damit die Betriebszeit der Vakuumpumpe deutlich erhöht. Es ergibt sich darüber hinaus die Möglichkeit, die Konzentration von abgepumpten Prozessgasen und deren Derivate zu verdünnen. Bei ausreichender Dosierung mit einem Inertgas wie Stickstoff lassen sich entzündliche Gase wie z.B. Wasserstoff oder Methan auf diese Weise „entschärfen“. Im Rahmen dieser Arbeit wurde auch ein Konzept erarbeitet, den Anteil von reaktiven Prozessgasen im Abluftstrom zu überwachen. Eine manuell einstellbare Verdünnung mit Inertgas erwies sich jedoch als völlig ausreichend, da als entflammbares Prozessgas hauptsächlich nur Methan eingesetzt wurde; auf einen zusätzlichen, apparativen Aufwand wurde daher verzichtet. Auch eine chemische Nachreinigung der Abluft (z.B. mittels Gaswäscher, engl. „scrubber“ genannt) wäre für den absehbaren Anwendungsrahmen nicht erforderlich gewesen, zumal sich der absolute Massenfluss von Methan typischerweise bei einem niedrigen Wert um 20 sccm befand. Allerdings sollten für zukünftige Prozesse erforderliche Maßnahmen erneut bewertet und abgeschätzt werden!

Erläuterung zu den Gas- und Vakuumventilen:

Ein Inertgas wie Stickstoff N₂ wird auch in anderen Bereichen des Vakuumsystems **VacSys-PCH** eingesetzt, siehe gelbes Dreiecksymbol in Abb. 4.10: Mit dem Gasventil **V-PCH-RGH-BLD** kann in Kombination mit einem Dosierventil ein Gasfluss in die Vorvakuumleitung eingebracht werden. Dadurch lässt sich der Gesamtmassenfluss bzw. Druck erhöhen und eine Ölrückströmung entsprechend minimieren, welche von der ölgedichteten Vakuumpumpe **D65BCS** ausgeht. Über das Gasventil **V-PCH-PRG-TMP** ist es möglich, die Turbopumpe **Turbovac 1000C** (insbesondere Rotorlagerung) vor mitunter korrosiven Gasen zu schützen. Die Zufuhr eines Inertgases - auch Schutz- oder Sperrgas genannt - ist mit Hilfe eines Dosierventils manuell einstellbar.

Wichtig: Das Gasventil **V-PCH-RGH-BLD** ist nicht für eine Belüftung der Prozesskammer vorgesehen! Für diesen Zweck wird ein separates Gasventil eingesetzt, welches Bestandteil des sog. „Gas Enclosure Panels“ ist, siehe **V-PCH-VENT** in Abb. 4.10.

Insbesondere für die Inbetriebnahme und das Herunterfahren der PECVD-Anlage ist es notwendig, die Vakuumventile im Vorvakuumbereich anhängig von der Arbeitsphase zu betätigen:

Während die Prozesskammer evakuiert wird, sollte das Vakuumventil **V-PCH-FRL** für die Turbovac 1000C stets geöffnet, beim Belüften muss es geschlossen sein – vor allem solange die Turbopumpe noch läuft. Das Vakuumventil **V-PCH-BYP** dient zum Vorevakuierten der Kammer über eine sog. Bypass-Rohrleitung mit kleinem Leitwert, so dass der Abpumpvorgang automatisch gedrosselt wird. Während dieser Arbeitsphase ist das Vorvakuumventil **V-PCH-RGH** geschlossen, wird aber geöffnet, sobald der Druck ausreichend gering ist (Grobvakuumbereich); **V-PCH-BYP** kann dann wieder geschlossen werden.

Eine korrekte Bedienung der genannten Gas- und Vakuumventile ist auch mit den anderen Komponenten des Vakuumsystems **VacSys-PCH** verknüpft (z.B. Vakuumpumpen) und hängt von der jeweiligen Arbeitsphase ab. Das schließt auch die Bedienung und den Betriebszustand der Ladeschleuse ein, beispielsweise wenn ein Substrat in die Prozesskammer ein- und ausgeschleust wird. Im Rahmen der PECVD-Applikation in Kapitel 6 wird vor allem anhand der Tabellen 6.1 beschrieben, welche Komponenten für eine bestimmte Aktion betätigt werden müssen. Dies dient jedoch nur als einfacher Leitfaden, ein grundlegendes Verständnis für die Bedienung einer vakuumtechnischen Prozessanlage ist empfehlenswert!

Die Betriebsart der Ventile, z.B. mittels Druckluft oder Magnetspule, ist in der Erläuterung der Abb. 4.10 vermerkt. Das Ventil **V-PDL** ist kein unmittelbarer Bestandteil des Vakuumsystems, sondern wird nur der Übersicht halber in Abb. 4.10 dargestellt und dient einer Hebevorrichtung für Substrate.

4.7.2 Druckmessinstrumente der Vakuumsysteme

Da der Gasdruck bzw. die Gasdichte während eines Plasmaprozesses ein wichtiger Einflussparameter darstellt, soll nun ein besonderes Augenmerk auf die Druckmessung geworfen werden. Dafür werden im Vakuumsystem **VacSys-PCH** diverse elektronische Vakuummeter eingesetzt. Diese Messinstrumente bestehen entweder aus einer passiven Messröhre, die an ein Auswertegerät angeschlossen ist (siehe unten G-PCH-ION) oder es handelt sich um eine aktive Messröhre mit integrierter Elektronik (auch als Transmitter bezeichnet, siehe unten z.B. G-TTR-PCH-TMP). Die Auswahl eines bestimmten Vakuummeters wird maßgeblich dadurch bestimmt, in welchem Druckbereich und mit welcher Genauigkeit gemessen werden soll und welche Relevanz eine Messung unabhängig von der Gasart besitzt. Die unten aufgeführten Messinstrumente werden im Vakuumsystem **VacSys-PCH** eingesetzt, teilweise auch im **VacSys-LL**. Die Instrumente geben die Messwerte als Spannungssignale aus, die von einer speziellen PCI-Einsteckkarte erfasst werden (Kapitel 5). Über die PECVD-Applikation werden diese Messwerte umgerechnet und z.B. auf der Benutzeroberfläche angezeigt. Aus dem Grund wird zu jedem Instrument die entsprechende Umrechnung angegeben.

G-PCH-B1000 – Mit der aktiven Messröhre des Typs Baratron^(R) 623A (Fa. MKS Instruments) ist es möglich, den Druck in einem Bereich von 1000 Torr (ca. 1333 mbar) bis etwa 1 Torr (ca. 1,3 mbar) zu ermitteln. Der Druckmesswert p wird in Form eines analogen Spannungssignals U ausgegeben, ist linear proportional skaliert und errechnet sich zu:

$$p[\text{mbar}] = \frac{U[\text{V}] \cdot 100}{1,33} \quad (\text{G 4.1})$$

Beispielsweise entspricht ein Signal $U=6,78$ V einem Druck p von etwa 510 mbar. Der Vollausschlag liegt dabei bei 10 V, die untere Messgrenze typischerweise bei einigen mV. Die Messröhre ist über einen CF-Flansch DN16 direkt im hinteren Bereich des Rezipienten montiert, siehe Abb. 4.14 am Messstück (4). Der gleiche Messröhren-Typ wird auch im Vakuumsystem **VacSys-LL** eingesetzt werden, siehe G-LL-B1000. Diese Messröhre ist nicht thermostatisiert, so dass die Aufwärmphase nur etwa 15 Minuten benötigt.

G-PCH-B01 – Wie in Kapitel 2 erwähnt, besitzt der Gasdruck bzw. die Teilchenzahldichte für einen bestimmten Plasmaprozess einen bedeutsamen Einfluss. Somit ist es erstrebenswert, den absoluten Druck präzise und unabhängig von einer Gasart oder eines Gasgemisches zu messen, um z.B. reproduzierbare Ergebnisse zu gewährleisten. Mit dieser aktiven Messröhre des Typs Baratron^(R) 627A (Fa. MKS Instruments) ist es erfahrungsgemäß möglich, den Druck p in einem Bereich von etwa 0,13 mbar (0,1 Torr) bis $1,3 \cdot 10^{-4}$ mbar (0,1 mTorr) zu bestimmen. Der Messwert wird in Form eines analogen Spannungssignals U ausgegeben und ist linear proportional skaliert und errechnet sich zu:

$$p[\text{mbar}] = \frac{U[\text{V}] \cdot 0,01}{1,33} \quad (\text{G 4.2})$$

Beispielsweise entspricht ein Signal $U = 4,0 \text{ V}$ einem Druck p von etwa $3 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$. Der Vollausschlag liegt dabei bei 10 V , die untere Messgrenze typischerweise bei einigen mV. Die Messröhre ist mittels CF-Flansch DN16 über das Vakuumventil V-PCH-B01 (ggf. zur gasdichten Isolation) an den Rezipienten angeschlossen (siehe Abb. 4.14 und Abb. 4.15, Position PG). Der Druckmesswert dient zur Überwachung eines Prozessdrucks sowie vor allem zur Steuerung des Druckregelcontrollers PM-5 (Fa. VAT). Diese Messröhre ist thermostatisiert bzw. wird auf 45°C geheizt, um insbesondere Schwankungen der Umgebung zu kompensieren; die Aufwärmphase beträgt laut Hersteller mindestens vier Stunden!

Das Funktionsprinzip einer Baratron-Druckmessröhre wird anhand der Abb. 4.11 kurz umrissen: Mit dem Kapazitäts-Vakuummeter kann ein Gasdruck p_1 direkt erfasst werden, der von außen über einen Zugangsstutzen (1) anliegt. Innerhalb der Messzelle (2) befindet sich ein hermetisch abgeschlossener Bereich mit einer flexiblen, metallischen Membran (3). Dieser Bereich (hellgrau unterlegt) ist ausreichend evakuiert, um als absolute Druckreferenz zu dienen (z.B. $p_0 < 1 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$); zur langfristigen Aufrechterhaltung des Restdrucks ist ein Gettermaterial (4) integriert. Je höher der Gasdruck p_1 ist, desto größer wird die Kraft F auf die konstante Membranfläche und damit die entsprechende Durchbiegung Δs . Die zentrale (5a) und konzentrische (5b) Elektrode bilden einen Kondensator aus, dessen Kapazität von der Durchbiegung der leitfähigen Membran (3) beeinflusst wird. Diese Kapazitätsänderung ΔC kann elektronisch erfasst und ausgewertet werden. Letztlich wird ein absoluter Gasdruck p_1 bzw. eine Druckdifferenz Δp in ein proportionales Messwertsignal ΔU wie folgt umgesetzt:

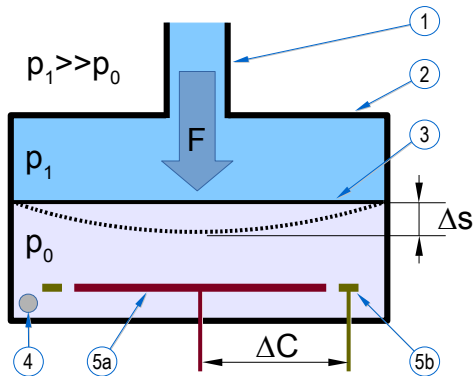


Abb. 4.11: Kapazitäts-Vakuummeter

$$p_1 - p_0 = \Delta p \approx p_1 \propto \Delta s \propto \Delta C \propto \Delta U \quad (\text{G 4.3})$$

Die wesentlichen Vorteile einer solchen Messröhre sind die absolute Druckmessung, die unabhängig von einer Gasart (molare Masse) oder eines Gasgemisches ist, da der Gasdruck unmittelbar über die Krafteinwirkung erfasst wird. Weiterhin ist das Messprinzip recht robust und unempfindlich gegenüber chemischen Substanzen, die bei diversen Prozessen im Rezipienten auftreten können. Nachteilig ist dagegen ein begrenzter Druckbereich, der überstrichen werden kann (drei bis vier Dekaden). Je niedriger der Druckbereich ist, desto „empfindlicher“ muss die verwendete Membran sein, sprich desto geringer deren Materialstärke bzw. Steifigkeit. Im oberen Hochvakuumbereich reduziert sich die Krafteinwirkung aufgrund der geringen Teilchenzahldichte derart, dass eine untere Einsatzgrenze bei diesem Typ von Vakuummeter erreicht wird und indirekte Messverfahren zum Einsatz kommen (siehe folgende Textabschnitte unten). Für reproduzierbare Messungen empfiehlt sich insbesondere bei der Messröhre G-PCH-B01 ein gelegentlicher Druckabgleich wie vom Hersteller beschrieben.

G-TTR-PCH-FRL und G-TTR-PCH-TMP – Die beiden aktiven Messröhren oder Transmitter des Typs Thermovac TTR91S (Fa. Leybold/Oerlikon) eignen sich, den Druck in einem Bereich von 1000 mbar bis etwa $5 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}$ zu erfassen. Der Druckmesswert p wird in Form eines analogen Spannungssignals U ausgegeben, ist logarithmisch skaliert und errechnet sich laut Herstellerangabe zu:

$$p[\text{mbar}] = 10^{(U[\text{V}] - 6,143)/1,286} \quad (\text{G 4.4})$$

Zum Beispiel entspricht ein Spannungssignal $U=6,17\text{ V}$ einem Druck p von etwa 1 mbar. Ein Signal von 10 V entspricht einem Vollausschlag, die untere Signalgrenze liegt bei 1,9 V. Beide Transmitter besitzen einen Kleinflanschanschluss DN16 und sind im Vorvakuumbereich des Pumpsystems installiert, vergleiche Abb. 4.10: G-TTR-PCH-FRL dient der allgemeinen Drucküberwachung der Vorvakuumleitung, während mit G-TTR-PCH-TMP speziell der Druck für die Turbopumpe Turbovac 1000C kontrolliert wird.

Das grundlegende Funktionsprinzip einer solchen Messröhre wird anhand von Abb. 4.12 geschildert. Im Wesentlichen basiert es auf dem sog. Pirani-Prinzip, das die Wärmeleitfähigkeit eines Gases abhängig vom Druck im Feinvakuumbereich nutzt. Bei diesem Wärmeleitungs-Vakuummeter wird ein sehr dünner Metalldraht (1) z.B. auf eine konstante Temperatur von 100 °C elektrisch geheizt (U_H). Der Draht besteht meist aus Wolfram und ist lang gesteckt, kann aber auch wendelförmig gestaltet sein, um die effektive Drahtlänge zu erhöhen. Teilskizze (a): Trifft ein Gasteilchen auf den geheizten Draht, erhöht sich seine kinetische Energie, die entsprechende Heizleistung wird dem Draht entzogen. Sobald das Gasteilchen zum zylindrischen Rohr (2) gelangt, wird diese Energie auf die Rohrwand übertragen, die Raumtemperatur besitzt. Somit kommt es zu einem Wärmetransport vom geheizten Draht zum umliegenden Rohr, der im Feinvakuumbereich proportional zum Druck bzw. zur Teilchenzahldichte ist. Wird der Draht auf einer konstanten Temperatur gehalten, so ist dafür eine bestimmte Heizleistung erforderlich, über die letztlich eine indirekte Druckmessung möglich ist. Da der Wärmetransport bzw. die Wärmeleitfähigkeit auch von der molaren Masse M abhängt ($\sim 1/\sqrt{M}$), ist je nach Gasart ein Korrekturfaktor K erforderlich, der typischerweise auf Stickstoffgas als Referenzstandard bezogen ist. Insbesondere beim Transmitter TTR91S errechnet sich der tatsächliche Druck p_{eff} aus dem gemessenen Wert p_{mes} beispielsweise für das Gas Argon (mit $K=1,7$) im Druckbereich unter 1 mbar zu:

$$p_{\text{eff}} = K p_{\text{mes}} \quad (\text{G 4.5})$$

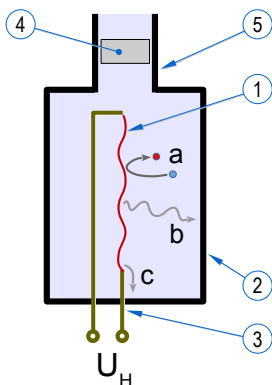


Abb. 4.12: Vakuummeter nach dem Pirani-Prinzip

Liegt ein Gasgemisch vor, so muss die Zusammensetzung bekannt sein, um die einzelnen Korrekturfaktoren berücksichtigen und entsprechend gewichten zu können. Beim Übergang vom Fein- in den Hochvakuumbereich verringert sich die Wärmeleitung des Gases so weit, dass keine lineare Druckabhängigkeit mehr besteht. Statt dessen überwiegt dann der Transfer der Heizleistung durch die stets vorhandene, konstante Wärmestrahlung (b) und Wärmeleitung (c) über die Stromdurchführung (3) für den Heizdraht, siehe Teilskizzen in Abb. 4.12. Auch im Grobvakuumbereich ist die Wärmeleitfähigkeit eines Gases nahezu unabhängig vom Druck. Durch entsprechende Maßnahmen und einen speziellen Aufbau ist es jedoch möglich, die vorherrschende, wärmeleitende Konvektion für eine Druckmessung zu nutzen. Die Messung außerhalb des Feinvakuumbereichs ist jedoch mit einer niedrigen Genauigkeit verbunden: beim Transmitter TTR91S beträgt diese Genauigkeit $\pm 15\%$ vom Messwert im Druckbereich $1 \cdot 10^{-3}$ bis 100 mbar, in den angrenzenden Druckmessbereichen jeweils nur $\pm 50\%$.

Nach Empfehlung des Herstellers sind beide Transmitter senkrecht nach unten installiert und sollten nach einem Druckabgleich auch in dieser Position verbleiben. Zusätzlich sind die Transmitter mit einem Einsatz aus Sintermetall (4) versehen, der sich im Zugangsstutzen (5) befindet, um eine störende Kontamination der Messzelle zu reduzieren.

G-PCH-ION mit V-PCH-ION – Für eine Druckmessung im Bereich von etwa 10E-3 bis 10E-8 mbar eignet sich eine passive Messröhre des Typs 274 (Fa. MKS Instruments/Granville-Phillips), die über ein spezielles Kabel mit dem Auswertegerät „290C Charge Rate Ion Gauge Controller“ (Fa. MKS Instruments) verbunden ist. Im Rahmen des Teilsystems **VacSys-LL** ist das gleiche Messinstrument vorhanden: dort ist anhand von Abb. 4.8-(12) zu erkennen, dass die Messröhre aus einem zylindrischen Glaskolben mit seitlichem Flanschanschluss besteht. Der Druckmesswert p wird von dem Controller 290C in Form eines analogen Spannungssignals U ausgegeben, ist logarithmisch skaliert:

$$p[\text{mbar}] = 1,33 \cdot 10^{(U[\text{V}] - 0,33) \cdot 8} \quad (\text{G 4.6})$$

Beispielsweise stellt ein Signal $U=3,33 \text{ V}$ einen Druck p von etwa $1,3 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ dar. Der Vollausschlag liegt bei $5,33 \text{ V}$ und entspricht einem Druck von 10^{-3} Torr . Das Messwertsignal sinkt um 1 V je Dekade, bei 10^{-8} Torr ist die untere Messgrenze mit $0,33 \text{ V}$ erreicht. Der Vorfaktor von $1,33$ in Gleichung (6) dient der Einheitenumrechnung von $1[\text{Torr}]$ in $1[\text{mbar}]$. Zwischen G-PCH-ION und Prozesskammer befindet sich das Vakuumventil V-PCH-B01 (vergleiche Abb. 4.8), um die Messröhre optional zu isolieren und z.B. möglichst evakuiert zu lassen; beim Hochfahren der PECVD-Anlage muss diese dann nicht zwingend langwierig ausgegast werden (mit „Degas“-Funktion, siehe [EqMan1]). Die Messröhre G-PCH-ION besitzt einen CF-Flansch DN16, G-LL-ION im Vakuumsystem **VacSys-LL** hingegen einen KF-Anschluss DN25.

Die Funktionsweise der Messröhre G-PCH-ION beruht auf der Bestimmung eines Ionenstroms, der proportional zur Teilchenzahldichte im Restgas ist und damit eine indirekte Druckmessmethode darstellt. Bei diesem Heißkathoden- oder Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter handelt es sich um eine spezielle Messanordnung nach Bayard-Alpert [BAY50]. Wie in Abb. 4.13 gezeigt befindet sich in dem zylindrischen Glaskolben (1) mit dem Zugangsstutzen (2) eine V-förmige Glühkathode (3), die am Rande eines spiralförmigen Anodendrahtgitters (4) positioniert ist. In der Mitte dieses Drahtgitters befindet sich der Ionenfänger (5), einer Elektrode aus einem sehr dünnen Wolfram-Draht. In Teilskizze (a) ist der seitliche Aufbau der Messröhre dargestellt. Die Teilskizze (b) zeigt hingegen nicht nur eine Ansicht von oben, sondern gibt auch den Potenzialverlauf vom Ionenfänger zur Glühkathode wieder. Bei dem Messröhren-Typ 274 liegt die Glühkathode üblicherweise auf einem Potential Φ von $+30 \text{ V}$ (U_K), das Anodendrahtgitter auf $+180 \text{ V}$ (U_A). Die emittierten Elektronen der Glühkathode werden daher im elektrischen Feld in Richtung Gitter bzw. Röhrenzentrum beschleunigt, siehe blauer Pfeil in Teilskizze (b). Auf dieser Wegstrecke werden durch Kollisionen mit Restgasteilchen positive Ionen erzeugt, die dann vom Ionenfänger (5) mit dem Potential $\Phi=0 \text{ V}$ angezogen und „aufgesammelt“ werden, siehe roter Pfeil. Der gemessene, positive Ionenstrom I^+ über den Ionenfänger ist somit ein Maß für die Teilchenanzahl N in einem Volumen V im Restgas. Vergleicht man diesen Ionenstrom I^+ mit dem emittierten Elektronenstrom I^- , so ist das Verhältnis proportional zur Gasdichte bzw. dem Gasdruck p :

$$p = \frac{N}{V} = \frac{I^+}{I^-} \cdot \frac{1}{C} \quad (\text{G 4.7})$$

In das Verhältnis von Ionen- und Emissionsstrom fließt noch eine Konstante C mit ein, die spezifisch vom Messröhrentyp abhängt. Weiterhin lässt sich die Empfindlichkeit der Druckmessung durch den Emissionsstrom I^- beeinflussen. Der Controller 290C verfügt über eine automatische Umschaltung dieses Emissionsstroms sobald sich der Druckbereich entsprechend ändert („Auto-Ranging“-Funktion: 8 mA bei 10^{-6} Torr bis $0,5 \text{ mA}$ bei 10^{-3} Torr). Darüber hinaus ist auch eine Schutzabschaltung der Glühkathodenheizung vorhanden, wenn der Gasdruck oberhalb von 10^{-3} Torr liegt.

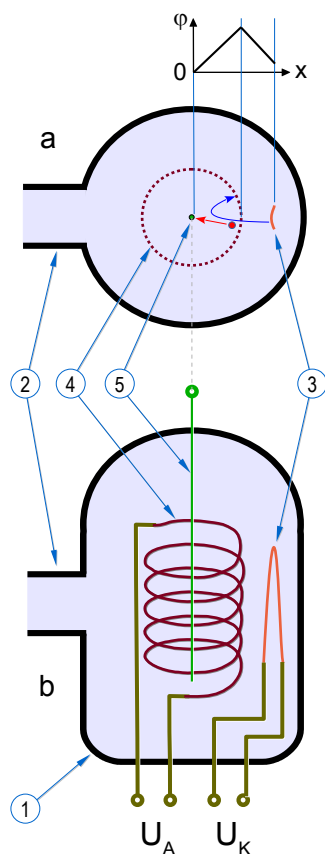


Abb. 4.13: Vakuummeter nach Bayard-Alpert-Prinzip

Die Glühkathode der verwendeten Messröhre besteht aus einem Iridium-Filament, das elektrisch geheizt wird und typischerweise mit Thoriumoxid beschichtet ist (weißlicher Belag). Diese Oxidschicht setzt die Austrittsarbeit für Elektronen deutlich herab, so dass ein höherer Emissionsstrom möglich ist oder zugleich die Glühkathode bei einer niedrigeren Temperatur betrieben werden kann, was die Betriebsdauer verlängert. Zudem schützt die Oxidschicht das Filamentmaterial weitestgehend vor z.B. einem unerwünschten Luftenbruch (Sauerstoff). Weitere Details zu den Spezifikationen und zum Betrieb der Messröhre und zum Controller, siehe z.B. [EqMan1].

Der allgemeine Vorzug eines solchen Ionisationsvakuummeters ist eine hohe Genauigkeit von $\pm 15\%$ vom Messwert. Wie bei anderen indirekten Druckmessmethoden ist jedoch auch hier zu beachten, dass der gemessene Druckwert von der Gasart abhängt und entsprechend korrigiert werden muss. Beispielsweise beträgt der Korrekturfaktor K laut Herstellerangabe bei Argon etwa 0,78 bezüglich dem typischen Referenzgas Stickstoff und wird analog zur Gleichung (G 4.5) berechnet. Der tatsächliche Gasdruck liegt bei Argon somit um etwa 22 % niedriger als gemessen, da sich Argon effektiver ionisieren lässt bzw. die Sensitivität oder Ionenausbeute des Messsystems höher ist. Bei Gasgemischen muss die Zusammensetzung bekannt sein, um die einzelnen Korrekturfaktoren zu berücksichtigen und entsprechend zu gewichten; dies trifft auch für die Messröhre G-PCH-BPG400 (siehe nächsten Textabschnitt).

Mit Hilfe eines Restgasanalysators ist es dagegen möglich, in einem bestimmten Massenbereich die einzelnen Gase nicht nur zu identifizieren, sondern auch die dazugehörigen Partialdrücke zu bestimmen. Tiefer gehende Aspekte zu dem Bayard-Alpert-Messprinzip – wie z.B. der Röntgeneffekt, der eine niedrige Druckmessung begrenzt – werden hier nicht ausgeführt; siehe z.B. [Wutz, 2010].

G-PCH-BPG400 – Mit dem Transmitter oder der sog. Kombinationsmessröhre des Typs BPG400 (Fa. Inficon) lässt sich der Druck in einem sehr weiten Bereich von 1000 bis $5 \cdot 10^{-10}$ mbar erfassen. Der Druckmesswert p wird in Form eines analogen Spannungssignals U ausgegeben, ist logarithmisch skaliert und errechnet sich laut Herstellerangabe zu:

$$p[\text{mbar}] = 10^{(U[\text{V}] - 7,75)/0,75} \quad (\text{G 4.8})$$

Beispielsweise repräsentiert ein Spannungssignal $U = 4,0$ V einen Druck p von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar. Die obere Messgrenze (Vollausschlag) liegt bei einem Signal von 10 V, die untere Grenze bei etwa 0,8 V. Diese Standardausführung des Transmitters verfügt zudem über eine serielle Schnittstelle (RS-232) für einen Austausch von z.B. Druckmessdaten; diese Option wurde im Rahmen dieser Arbeit nur für Diagnosezwecke genutzt. Über einen Flanschanschluss DN40 CF-R ist der Transmitter im hinteren Bereich der Prozesskammer installiert, siehe Abb. 4.14 und 15, Position GC). Diese Position wurde gewählt, um einen störenden Einfluss des ECR-Magneten möglichst zu vermeiden (wurde überprüft). Zudem wurde berücksichtigt, dass durch die entfernte Lage das Druckgefälle nicht zu markant ins Gewicht fällt.

Bei dem kompakten Vakuummessinstrument G-PCH-BPG400 ist ein Bayard-Alpert-Messsystem mit einer Pirani-Einheit kombiniert. Die Funktionsweise beider Messsysteme entspricht prinzipiell derjenigen, wie sie bereits oben im Falle von G-PCH-ION und z.B. G-TTR-PCH-FRL beschrieben wurde. Im hinteren Teil der Messzelle ist die Pirani-Einheit untergebracht und besteht aus zwei Sensorelementen (Redundanz). Der Bayard-Alpert-Aufbau nimmt den überwiegenden Teil der Messzelle ein, besitzt ein Iridium-Filament (Glühkathode) mit Yttriumoxid-Beschichtung und wird erst unterhalb eines Drucks von etwa 10^{-2} mbar aktiv. Eine eventuelle Schutzabschaltung des Bayard-Alpert-System (Filament) erfolgt automatisch und wird durch die Pirani-Einheit bestimmt. Je nach vorliegendem Druckbereich wird der Messwert intern ermittelt. Die Genauigkeit der Kombinationsmessröhre liegt in einem Bereich von 10^{-8} bis 10^{-2} mbar bei $\pm 15\%$ vom Messwert. Zu den anderen Druckbereichen liefert die Gebrauchsanleitung keine konkreten Spezifikationen. Da zwei Messsysteme vorhanden sind, muss je nach Gasart ein entsprechender Korrekturfaktor K berücksichtigt werden, um den tatsächlichen Gasdruck nach Gleichung (G 4.5) zu erhalten. Laut Datenblatt gilt z.B. im Falle von Argon (bezüglich Stickstoff): $K=1,7$ bei ($1 < p < 10^{-3}$) mbar sowie $K=0,8$ bei $p < 10^{-3}$ mbar.

4.7.3 3D-CAD-Darstellungen zur Prozesskammer

Aus Gründen einer effektiven Planungsmöglichkeit und ergänzenden Dokumentation wurde u.a. die Prozesskammer inklusive einiger angrenzender Komponenten in dreidimensionale CAD-Konstruktionen überführt (Siemens PLM Software: Solid Edge, Version ST7). Daraus ergibt sich nicht nur eine anschauliche Darstellung, sondern es bieten sich auch Aspekte wie die Durchführung von Simulationen an. Für die Erstellung der Konstruktionen wurden relevante Bemaßungen der Originaldokumentation entnommen (sofern verfügbar), vorwiegend aus [ServMan]. Durch händisches Abmessen wurden diese Angaben überprüft, ggf. korrigiert und umfangreich ergänzt; die Genauigkeit liegt daher in einigen Fällen bei etwa ± 1 mm (z.B. zylindrische Durchmesser).

Abb. 4.14 gibt eine äußere 3D-Ansicht der Prozesskammer bzw. des Rezipienten wieder; andere Ansichten und Einblicke werden im entsprechenden Abschnitt dargestellt (Abb. 4.15 und 4.17). Während Abb. 4.10 nur eine schematische Darstellung des Vakuumsystems **VacSys-PCH** liefert, ist anhand von CAD-Darstellungen wie in Abb. 4.14 zu erkennen, an welcher Position sich einzelne, angrenzende Komponenten befinden (siehe goldgelbe Pfeile mit „Info-Rauten“). Beispielsweise ist dem Infofeld rechts oben mit **TP** zu entnehmen, dass im hinteren Teil der Rezipientenverlängerung (2) die Turbopumpe „Turbovac 1000C“ montiert ist oder dass die Mikrowelleneinkopplung **MW** über das Quarzglas-Fenster (8) erfolgt. Weiterhin ist auch erkennbar, dass der optionale Restgasanalysator **MS** sich möglichst weit vom Rezipienten befindet, um störende Einflüsse des ECR-Magneten möglichst zu vermeiden. Der Einfachheit halber wurden in den CAD-Modellen die Verbindungselemente (Schrauben, Muttern, etc.) nicht dargestellt. Dies gilt auch für die O-Ring-Dichtungen mitunter bei der Dichtfläche (13) und der angrenzende Ladeschleuse **LL**. Ebenso wurden die Verschlusselemente an der Kammertür (12) konstruktiv nicht erfasst.

4.7.4 Prozesskammer - Instandsetzung des Vakuumsystems (*VacSys-PCH*)

Vor der ersten Inbetriebnahme der Prozesskammer waren umfangreiche Maßnahmen notwendig, wie z.B. eine grundlegende Reinigung des Rezipienten sowie eine funktionale Überprüfung und ggf. eine Wartung oder Reparatur diverser Komponenten. An mancher Stelle war ein Ersatz erforderlich oder eine Erweiterung sehr ratsam. Nahezu alle Kleinflansch-Dichtungen wurden getauscht (Material: Viton^(R)). Heliumlecktests des Vakuumsystems wurden in Zwischenschritten und als abschließende Maßnahme durchgeführt. Andere Maßnahmen, wie z.B. die Überprüfung anderer Teilsysteme, folgten ebenso und werden im betreffenden Abschnitt erläutert.

Reinigungsmaßnahmen:

Aufgrund von Plasmaprozessen des vorherigen Nutzers (siehe Abschnitt 4.4) war die Prozesskammer im Inneren stark verunreinigt. Die Innenwände waren vor allem mit Schichten aus Silizium-Verbindungen belegt (u.a. Si-N), die sich teils schwer entfernen ließen oder recht lose anhafteten, was sich für künftige Prozesse als störend erwiesen hätte (Fremdpartikel). Daher wurde die Prozesskammer für eine erste Inbetriebnahme mechanisch weitestgehend von diesen Anhaftungen befreit und u.a. mit Isopropanol chemisch gereinigt. Später erfolgte auch eine gründliche Reinigung mittels einem geeigneten Niederdruckplasma wie dem chemischen Plasmaätzen, um insbesondere organische Bestandteile zu entfernen; auf diese Weise war es ebenso möglich, Verunreinigungen (Öle) in der Ladeschleuse und im Schleusenventil V-SLOT effektiv zu reduzieren. Mitunter war bei anderen Komponenten ein besonders hoher Aufwand notwendig: Das Eckventil V-PCH-BYP musste zerlegt werden, um Partikelrückstände und Öle besser entfernen zu können. Das Plattenschieberventil F64 für die Down-Stream- Druckregelung wurde ebenfalls zerlegt und gründlich gereinigt.

Maßnahmen für Instandsetzung und Ersatz:

Beim Testlauf des adaptiven **Druckcontrollers PM-5** stellte sich heraus, dass die Leistungsendstufe für die Schrittmotoransteuerung nur unzureichend funktionierte (zu geringes Drehmoment für das Öffnen und Schließen des Plattenschieberventils F64). Da eine Reparatur beim Hersteller (Fa. VAT, Schweiz) zu arbeits- und zeitintensiv war, wurde ein geeigneter Ersatz über einen Gebrauchtmarkthandel erworben. Mit Hilfe dieses Ersatzgeräts bzw. den enthaltenen Baugruppen konnte der ursprüngliche Druckcontroller innerhalb sehr kurzer Zeit wieder instand gesetzt werden.

In der schematischen Darstellung von **VacSys-PCH** (Abschnitt 4.7.1, Abb. 4.10) sind Modifikationen und Erweiterungen mit einer grün gestrichelten Umrandung markiert. Dies betrifft hauptsächlich die Druckmessinstrumente:

An den Messpositionen, an denen sich in Abb. 4.10 die Transmitter **G-PCH-TTR-FRL** und **G-PCH-TTR-TMP** befinden, war ursprünglich jeweils eine passive Messröhre des Typs TC-1 installiert („Thermocouple“-Messprinzip). Die beiden Messröhren wurden von einem Auswertegerät mit der Bezeichnung „Thermal Conductivity Vacuum Gauge Controller, Type 286“ betrieben (Messröhren und Auswertegerät von der Fa. MKS Instruments). Aufgrund eines schwerwiegenden Gerätedefekts war es nicht mehr möglich, die obsoleten Messröhren weiterhin zu nutzen. Sie wurden daher durch aktuellere, aktive Messröhren des Typs TTR91S (Fa. Leybold/Oerlikon) ersetzt. Für das analoge Messsignal wurden separate Leitungen zur Messdatenerfassung verlegt.

Zur Druckmessung im Hochvakuumbereich ist ursprünglich die Messröhre **G-PCH-ION** vorgesehen. Dieses Messsystem arbeitet zwar zuverlässig, wurde aber in der Praxis seltener genutzt als dies bei der Messröhre G-LL-ION im Vakuumsystem **VacSys-LL** der Fall war. Es erwies sich als nachteilig, dass die Schutzabschaltung ($p > 10 \cdot 10^{-3}$ Torr) schon bei einem sehr kurzen Druckanstieg ausgelöst wurde, z.B. beim Einregeln eines Massenflussreglers. Ist dies geschehen, muss der Emissionsstrom der Messröhre manuell oder über eine Steuerleitung neu eingeschaltet werden. Aus dem Grund wurde die Messröhre G-PCH-ION nur sporadisch verwendet, z.B. für Referenzzwecke. Statt dessen wurde als Ergänzung oder sogar dauerhafter Ersatz der Transmitter **G-PCH-BPG400** eingesetzt. Insofern die Gasart keine nennenswerte Rolle spielt, kann man die Druckmesswerte im Feinvakuumbereich auch mit der Messröhre G-PCH-B1000 vergleichen. Die Druckmessröhre G-PCH-B01 kann jedoch nicht ersetzt werden, da u.a. bei Plasmaprozessen unterschiedlichste Gase und Gemische zum Tragen kommen. Für das analoge Messsignal von G-PCH-BPG400 wurden separate Leitungen zur Datenerfassung verlegt.

Maßnahmen zur Erweiterung des Vakuumsystems VacSys-PCH:

Da die ausgestoßene Abluft einer Drehschieberpumpe vor allem bei hohem Gasdurchsatz einen ebenso erhöhten Anteil an Ölnebel enthält (z.B. beim Evakuieren), ist der Einsatz eines **Ölnebelabscheiders** äußerst ratsam. Für die Trivac D65BCS wurde deshalb ein entsprechend dimensionierter Abscheider mit der Bezeichnung **AF 40-65** (Fa. Leybold/Oerlikon) gewählt und nachträglich installiert.

Wie der Abb. 4.14 zu entnehmen ist, befindet sich an der Position **MS** ein Restgasanalysator. Im Detail handelt es sich um ein **Quadrupol-Massenspektrometer** (QMS) „Transpector 2“ der Fa. Inficon, Typ: TSPTB100. Damit lässt sich der jeweilige Anteil einer Gasart bestimmen bzw. bei entsprechender Kalibrierung der dazugehörige Partialdruck. Das resultierende Massenspektrum erstreckt sich in einen Bereich von 1 bis 100 amu bei Drücken kleiner $5 \cdot 10^{-4}$ mbar.

Funktionsprinzip: Das Massenspektrometer besteht aus einem Sensorsystem mit etwa 15 cm Länge, das sich im Vakuum bzw. Restgas befindet sowie einem Elektronikmodul, welches atmosphärenseitig direkt an diesen Sensor angekoppelt ist. Über eine Datenschnittstelle (z.B. RS-232) und einer PC-Software namens „TWare32“ erfolgt die Bedienung, Erfassung und Anzeige der Massenspektren. Das Sensorsystem setzt sich im Wesentlichen aus drei Segmenten zusammen:

1. Eine offene Ionenquelle erzeugt aus dem Restgas mittels Glühkathode durch Elektronenstoßionisation positiv geladene Teilchen. Über Blenden werden die Ionen extrahiert und in ein Trennsystem gelenkt.
2. Das Trennsystem ist aus vier parallelen, kreisrunden Metallstäben aufgebaut ist, wobei je zwei gegenüberliegende Stäbe gleiches Potential besitzen. An jedem Stabpaar wird eine Gleichspannung mit überlagerter hochfrequenter Wechselspannung (MHZ-Bereich) angelegt, so dass ein elektromagnetisches Quadrupolfeld erzeugt wird. Bewegen sich Ionen entlang des Trennsystems werden sie im Zentrum des Feldes resonant zu Transversalschwingungen angeregt. Bei nahezu allen Ionen erhöht sich die Schwingungsamplitude derart, dass sie schon nach kurzer Wegstrecke auf einen Stab treffen und elektrisch neutralisiert werden. Lediglich für Ionen mit einem bestimmten Verhältnis von Masse m zur Ladung e ist die Resonanzbedingung für eine ungehinderte Passage gegeben. Die Ionen können entsprechend ihrem m/e -Verhältnis nacheinander aufgetrennt („sortiert“) werden, indem insbesondere die Frequenz der anliegenden Wechselspannung verändert wird. Damit sich die Ionen ungehindert durch das Trennsystem bewegen können, muss zudem die mittlere freie Weglänge λ deutlich größer als 15 cm sein. Im Fall von Stickstoff ergibt sich mit einem Wert von $p \cdot \lambda = 6 \cdot 10^{-3}$ mbar·cm ein maximaler Druckbereich $p = 1 \cdot 10^{-4}$ mbar (entspricht $\lambda = 60$ cm). Abgesehen davon ist die Schutzabschaltung der Glühkathode üblicherweise auf einen Druck von ca. $5 \cdot 10^{-4}$ mbar eingestellt.

3. Nach der Passage des Trennsystems gelangen die Ionen zu einem Nachweissystem, das aus einem Detektor mit Verstärkerschaltung besteht. Im einfachsten Fall wird zum Auffangen der Ionen ein sog. Faraday-Cup verwendet (Faraday'scher Käfig in Miniaturform mit Eintrittfenster). Mit Hilfe der Verstärkerschaltung (Elektrometer) wird die Ladungsmenge registriert und zeitlich integriert. Werden die Intensitäten dieser Ionenströme über das jeweilige m/e -Verhältnis aufgetragen, erhält man im ausgewählten Messbereich ein Massenspektrum des Restgases.

Es ist nun auch nachvollziehbar, dass ein „Peak“ im Massenspektrum nicht nur von der Gasart abhängt, sondern auch davon, welche Ladung ein Ion besitzt oder fragmentiert ist. Ein einfach geladenes Argon-Ion (M_{Ar} ca. 40 u) findet sich bei etwa 40 amu im Spektrum wieder, im Falle eines Ar^{2+} -Ions ist zudem bei 20 amu ein Anteil zu beobachten. Stickstoff (M ca. 14 u) liegt molekular als N_2 vor, so dass der sog. Molpeak (N_2^+) bei 28 amu zu sehen ist. Wenn durch Stoßionisation die Bindung aufgebrochen wird, können zwei Fragmente wie z.B. N^+ oder N^{2+} entstehen. Die Intensität dieser Peaks bei 14 amu bzw. 7 amu im Massenspektrum ist typischerweise kleiner als der Molpeak, muss jedoch bei der Interpretation eines Restgases berücksichtigt werden.

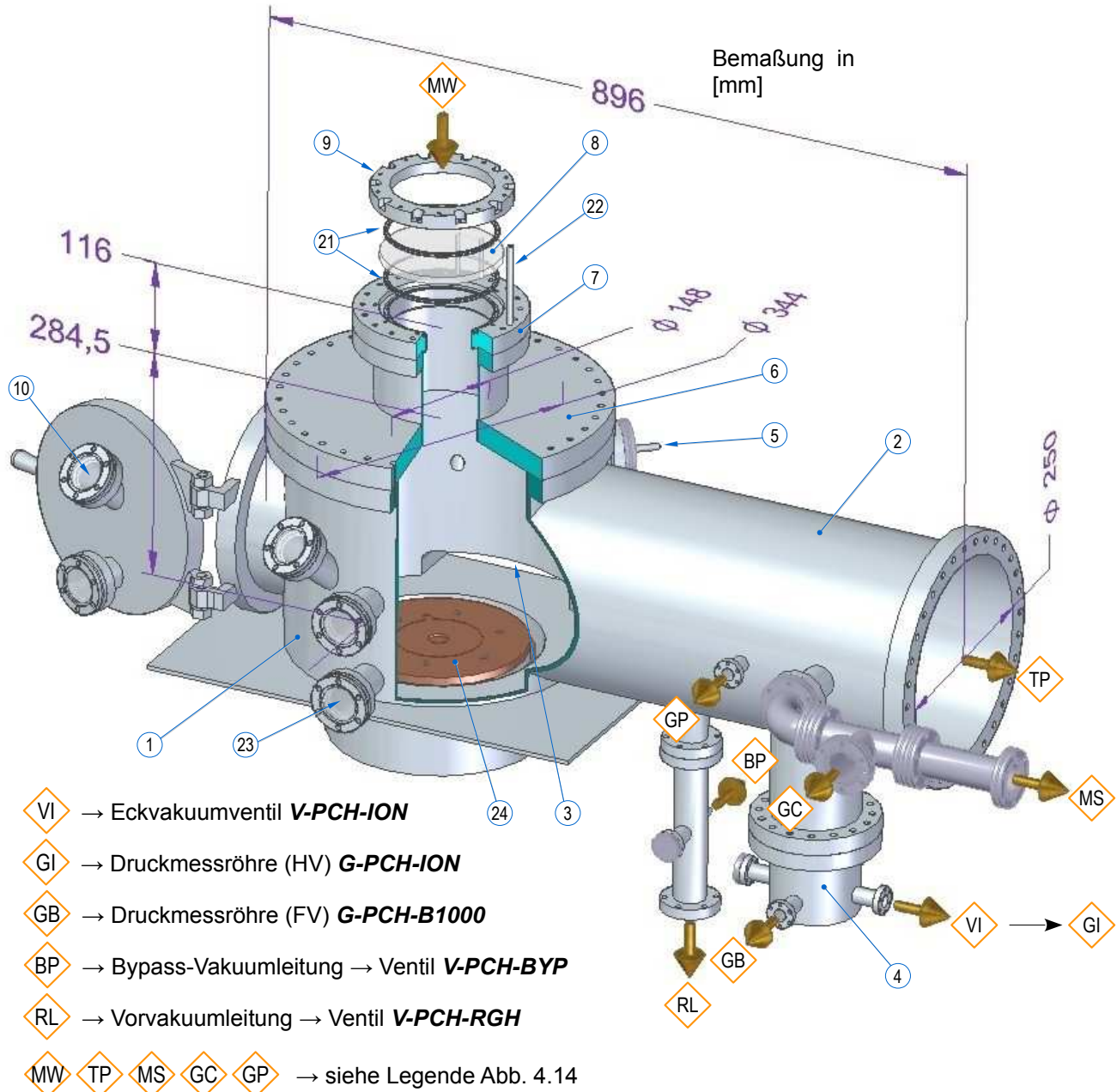
Dieses Massenspektrometer wurde für einen dauerhaften Einsatz installiert, um die Anteile einzelner Gase – auch im zeitlichen Verlauf – beobachten zu können. Es wurde für folgende Zwecke eingesetzt:

- **Hintergrundmessung:** Zur Kontrolle in welchem Maße die Prozesskammer und Ladeschleuse bei einem Basisdruck ggf. kontaminiert ist (z.B. $p < 10E-6$ mbar) ist. Eine solche Messung kann auch als Referenz für Gasanalysen hilfreich sein.
- **Lecksuche:** Zur Durchführung von (routinemäßigen) Lecksuchen, beispielsweise für die integrale Nachweismethode mittels Helium. Auch andere Gase können für eine Lecksuche eingesetzt oder detektiert werden (außer- oder innerhalb eines Rezipienten). Die Betrachtung eines Massenspektrums kann auch dazu dienen, reale atmosphärische Undichtigkeiten von sog. virtuellen Lecks im Inneren der Prozesskammer zu unterscheiden.
- **Gasanalyse:** Insbesondere bei der Herstellung von CD_4 (siehe Kapitel 8) wurde das Massenspektrometer zur Kontrolle und Bewertung der Synthese und Aufbereitung eingesetzt.

Für ein sog. Prozess-Monitoring ist der aktuelle Aufbau nicht ausgelegt, da der Druckbereich von Plasmaprozessen zwei bis drei Dekaden höher liegt als die zulässige Grenze des Massenspektrometers. Hierfür müsste der Aufbau entsprechend erweitert werden, vorzugsweise mit einem differenziellen Pumpsystem, das u.a. Blenden oder Kapillare beinhaltet.

4.8 Prozesskammer - Substrat-Heizsystem der Arbeitselektrode

Wie bereits aus der schematischen Übersicht in Abb. 4.2 ersichtlich, besitzt die Arbeitselektrode (3) ein Heizsystem, falls ein Prozess eine erhöhte, konstante Substrattemperatur erfordert (z.B. zur Erhöhung der Ätzenrate). Die Ansteuerung erfolgt dabei über einen Temperaturregler des Typs 945A. In diesem Abschnitt sollen einige Spezifikationen zu diesem Heizsystem umrissen werden. Die 3D-CAD-Darstellungen in den Abb. 4.15 und 4.17 geben einen anschaulichen Einblick in den inneren Aufbau der Prozesskammer. Abb. 4.16 liefert darüber hinaus eine reale Ansicht von Komponenten.



Die Abb. 4.15 zeigt die Prozesskammer aus einer weiteren Perspektive mit Positionsangaben zu einigen angrenzenden Komponenten, insbesondere zu den eingesetzten Messröhren. Durch die Querschnittsdarstellung (türkisfarbene Flächen) ist u.a. die Position der beheizbaren Arbeitselektrode (24) und des Rezipientenzugangs (3) für die Ladeschleuse ersichtlich. Während das Quarzglas-Fenster (8) in Abb. 4.14 in montierter Weise dargestellt ist, lässt sich hier in der Explosionsdarstellung der Aufbau im Einzelnen erkennen, mitunter die Lage der speziellen Metall-Dichtringe (21). Die dazugehörigen Komponenten für die Mikrowelleneinkopplung werden im Abschnitt 4.10 beschrieben. Bei der in Abb. 4.15 dargestellten Arbeitselektrode (24) handelt es sich im Detail nur um eine Deckplatte aus Aluminium mit einer speziellen Beschichtung³⁰. Eine reale Ansicht dieser braunen Aluminiumplatte (1) ist in Abb. 4.16 zu sehen, die einen Durchmesser von 210 mm bei einer Stärke von 10 mm besitzt. Sie ist mit sechs Gewindeschrauben (2) auf einem darunter liegenden Sockelblock (3) aus Edelstahl montiert. In einem geringen Abstand ist dieser Block von dem Dunkelraumschild (4) konzentrisch umschlossen, so dass er auf dem Foto nahe komplett verdeckt wird. In der Aluminiumplatte befindet sich mittig eine flache Vertiefung zur Positionierung eines Substrats. Typischerweise ist dies ein Wafer mit einem Durchmesser von maximal 100 mm. Als zusätzlicher Träger für einen solchen Wafer dient eine Edelstahlscheibe (5) mit gleichem Durchmesser. Wie auf dem Foto gezeigt, lassen sich auf diese Weise auch diverse Probenstücke in die Prozesskammer einbringen (Glas, Si, etc.).

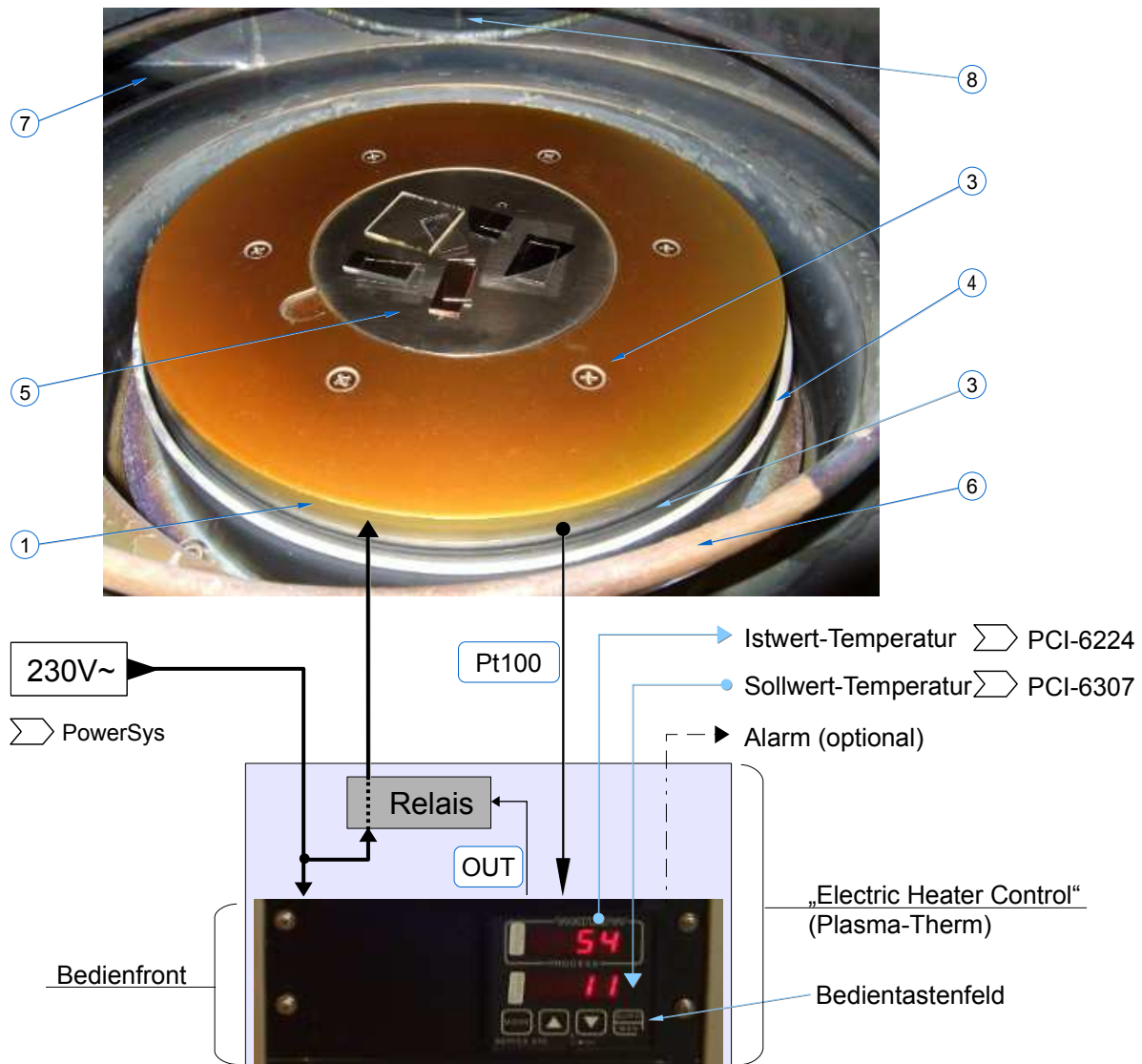


Abb. 4.16: Heizsystem für Arbeitselektrode, Erläuterung im Text

30 trotz intensiver Recherche konnte nicht geklärt werden, um was für eine ggf. vorgesehene Beschichtung es sich handelt

In Abb. 4.16 sind auch umliegende Strukturen in der Kammer teilweise zu erkennen: (6) zeigt auf einen Teilabschnitt des Gasrings, (7) deutet den Zugangsbereich zur Ladeschleuse an und (8) lässt die Mündung zum hinteren, verlängerten Rezipientenbereich erahnen, die zum Plattenschieberventil F64 bzw. zur Turbopumpe Turbovac 1000C führt.

In dem Sockelblock (3) ist eine Widerstandsheizung installiert, deren einzelne Heizelemente und elektrischen Anschlüsse sich auf Atmosphärenseite befinden, Details: „Heater Cartridge, Type A368“, [Serv-Man], S. 69. An dieser Stelle ist ein RTD-Temperatursensor mit der Bezeichnung RBJ0TA040AK060 (Fa. Watlow) integriert, welcher einem Pt100-Messwiderstand in Zweileiterausführung entspricht, [DEV-Pt100]. Im Zentrum des Sockelblocks ist eine Vorrichtung für das Anheben eines Substrates vorhanden. Als Beispiel wird in Abb. 4.17 ein Wafer in erhöhter Position dargestellt, wie es beim Schleusenvorgang der Fall ist; in der Original-Dokumentation zur PECVD-Anlage ist mit der Bezeichnung „Pedestal“ insbesondere die Sockelkomponente (7) gemeint. Die 3D-CAD-Zeichnung lässt durch die Querschnittsansicht auch weitere Details um den Sockelblock erkennen. Die dazugehörige Hubvorrichtung besteht aus einem doppelwirkenden Pneumatikzylinder, der in Abb. 4.2 als **V-PDL** vermerkt ist. Zudem ist unterhalb des Sockelblocks die Anschlussbox für die RF-Zuleitung installiert sowie der Zugang für die Wasserkühlung des Heizsystems.

Die Temperaturregelung der Widerstandsheizung erfolgt mit einem Modul, das auf der linken Seite der Hauptkonsole eingebaut ist (vergleiche Abb. 4.4) und in der Original-Dokumentation als „Electric Heater Control“ benannt wird. Die wesentlichen Komponenten sind ein PID-Temperaturregler des Typs 945A-2CA3-A000 [DEV-945A] sowie ein Halbleiterrelais [DEV-SSR] zum Schalten des Heizstroms. Die aktuelle Temperatur der Arbeitselektrode (Istwert oder Prozessvariabel) wird über den Pt100-Sensor vom Regler erfasst und bei aktivem Modus mit einem vorgegebenen Sollwert verglichen. Liegt der Istwert niedriger als der gewünschte Sollwert, so gibt er ein Steuersignal **OUT** aus („Logic DC Output“), das das Leistungsrelais durchschaltet. Die Schaltdauer bzw. resultierende Heizleistung ergibt sich aus der Differenz der beiden Werte und der angemessenen Wahl der eingestellten PID-Parameter. Idealerweise sollten sich beide Werte möglichst rasch angleichen, ohne dass z.B. ein unerwünschtes Überschwingen des Istwertes zur Zieltemperatur auftritt. Die einzelnen PID-Anteile können über die Funktion „Autotune“ selbstständig vom Regler ermittelt werden. Für den gegenwärtigen Aufbau wurde ein Autotuning erneut durchgeführt³¹ (Zieltemperatur: 150 °C, Druck in Prozesskammer ca. 10E-5 mbar). Folgende Werte wurden für die Parameter P, I und D ermittelt: Proportionalband-Anteil „Pb1“=17, Integral-Anteil „eE1/It1“=0,01 sowie Differential-Anteil „rA1/dE1“=3,18.

Der Ist- und Sollwert wird stets auf der Bedienoberfläche des Reglers angezeigt, vergleiche unteres Foto in Abb. 4.16. Die Eingabe des Sollwerts und ggf. diverser Parameter zum Konfigurieren erfolgt manuell über das Bedientastenfeld. Der Sollwert kann jedoch zusätzlich über ein analoges Steuersignal vorgegeben werden. Das Signal ist linear proportional zu einem Temperaturbereich skaliert, der im Gerät manuell eingestellt ist; aktueller Stand: der Spannungsbereich von 0 bis 5 V-DC entspricht einer Temperatur von 0 bis 150 °C. Der Regler gibt den Istwert auch als analogen Messwert von 0 bis 5 V-DC aus, der in gleicher Weise wie der Sollwert skaliert ist (Beispiel: 2,5 V-DC entspricht 75 °C). Im Rahmen der LabVIEW-Applikation (siehe Kapitel 6) ist es somit über eine Benutzeroberfläche möglich, ein Steuersignal für die gewünschte Zieltemperatur auszugeben sowie die aktuelle Substrattemperatur zu erfassen und optional abzuspeichern. Es steht auch ein Alarmausgang für eine Temperaturüberschreitung zur Verfügung (schaltendes Regelerrelais), der aber nach wie vor ungenutzt blieb. Ansonsten befinden sich im Modul „Electric Heater Control“ diverse elektrische Leitungen zur Verteilung der Versorgungsspannung (230 V-AC) sowie rückseitig ein Netzschalter, Anschlüsse für die Steuersignale, etc.

31 Alarmgrenze „A1Hi“ wurde dafür in Konfiguration von ursprünglich 150 °C auf 200 °C geändert

Gemäß der Angabe im User's Manual [UserMan] ist mit dem vorliegenden Aufbau des Heizsystems eine Temperaturregelung im Bereich zwischen 80 °C und 400 °C möglich. Bei einer Funktionsprüfung wurde jedoch festgestellt, dass bereits ab Raumtemperatur eine stabile Regelung durchaus machbar ist. Es wird angenommen, dass eine Grenze von 80 °C genannt wird, damit eine ausreichend hohe Abkühlrate des Sockelblocks gewährleistet werden kann. Die obere Grenze von 400 °C erscheint recht hoch, da der eingesetzte Pt100-Sensor laut Datenblatt nur bis 260 °C spezifiziert ist. Aus dem Grund wurde eine Funktionsprüfung nur bis maximal 200 °C durchgeführt. Nur in wenigen Anwendungsfällen war im Rahmen dieser Arbeit eine Substrattemperatur von mehr als 100 °C notwendig, wie z.B. bei Testläufen für Plasmaätzprozesse. Für die Synthese von DLC-Schichten war eine Temperaturregelung wenig relevant bzw. die Erfassung der Substrattemperatur über den Pt100-Sensor diente hauptsächlich der Kontrolle beim Beschichtungsprozess (eventuelle Aufheizung aufgrund eines intensiven Ionenbombardements, etc.). An dieser Stelle sei noch vermerkt, dass bei einer Funktionsprüfung wesentliche, thermische Kontaktprobleme zwischen der oben genannten Aluminium-Deckplatte und dem beheizbaren Sockelblock festgestellt wurden und behoben werden mussten.

In Abb. 4.17 liegt der Fokus auf dem unteren Bereich der Prozesskammer (1), in dem sich in der „Rezipientensenke“ der Sockelblock mit der beheizbaren Arbeitselektrode befindet. Durch die türkisfarbene Querschnittsdarstellung wird mitunter die Wandung dieser Senke ersichtlich. Weiterhin werden in der 3D-CAD-Zeichnung auch andere Strukturen dargestellt, die in der Abb. 4.15 aus Gründen der Übersicht nicht vorkommen, wie z.B. der Gasring (5).

Wie bereits oben erwähnt wird hier ein Wafer (6) exemplarisch in erhöhter Position gezeigt. Dies ist unter anderem für das Ausschleusen eines Wafers notwendig, damit sich der C-förmige Ausleger des Transferarms berührungsfrei unterhalb des Wafers positionieren kann; eine reale Ansicht des Transferarms ist in Abb. 4.6 zu sehen. Sobald sich die Sockelkomponente „Pedestal“ (7) ausreichend abgesenkt hat, setzt sich der Wafer auf dem Ausleger ab und kann anschließend ausgeschleust werden. Beim Einschleusen erfolgt der Vorgang in umgekehrter Weise: Ein Wafer wird mit Hilfe des Auslegers von der Ladeschleuse in die Prozesskammer gefahren und mittig über der Arbeitselektrode positioniert. Dort wird der Wafer von dem „Pedestal“ soweit angehoben bis der Ausleger „entladen“ ist und wieder in die Ladeschleuse gefahren werden kann. Um das „Pedestal“ besser erkennen zu können, ist der aufliegende, symbolische Wafer teils transparent dargestellt. In abgesenkter Position schließt das „Pedestal“ plan und bündig mit der flachen Vertiefung der Deckplatte (9) ab.

Die Gestalt des Dunkelraumschildes (11) ist anhand der orangen Querschnittfläche gut sichtbar. Mitunter ist auch zu erkennen, dass nur ein Spalt von wenigen Millimetern zwischen Sockelblock (8) und ringförmigem Dunkelraumschild vorhanden ist.

Der Gasring (5) ist in den bisherigen Darstellungen nur symbolisch skizziert, wie beispielsweise in Abb. 4.10. Wie hier nun erkennbar, handelt es sich um ein dünnwandiges Rohr (hellgrüne Querschnittsfläche), das zu einem Ring mit einem Radius von etwa 150 mm geformt ist. Es besteht aus Edelstahl und hat einen Außendurchmesser von 6 mm. Entlang der Innenseite befinden sich sehr feine Bohrungen, um ein Prozessgas gleichmäßig im Hauptrezipienten verteilen zu können. Das gasförmige Medium gelangt über die Vakuumdurchführung des Ports (3) und des Gasringadapters (4) zu dem Gasring.

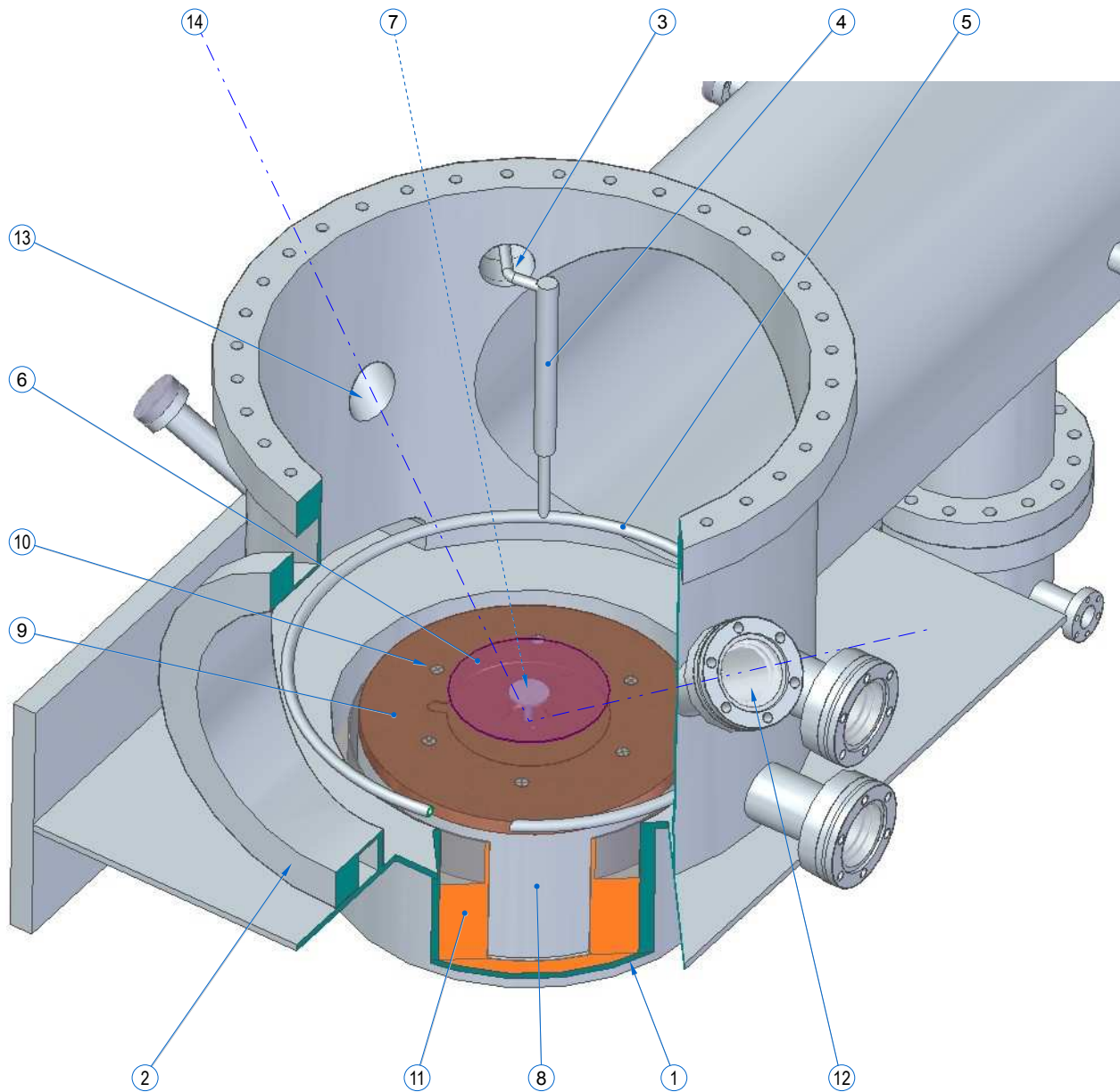


Abb. 4.17: 3D-Ansicht und Einblick in den unteren Bereich der Prozesskammer (Arbeitselektrode)

- | | |
|--|--|
| ① Prozesskammer (mit Querschnittsansicht) | ⑧ Sockelelement des Heizsystems (vakuumseitig) |
| ② Flansch für Verschlussdeckel (ohne Dichtung) | ⑨ Deckplatte für Sockelelement (Aluminium) |
| ③ Port bzw. Gaszuleitung B (Innenansicht) | ⑩ Gewindeschrauben für Deckplatte (9) |
| ④ Halterung / Adapter für Gasing (4) | ⑪ Dunkelraumschild (mit Querschnittsansicht) |
| ⑤ Gasing (mit Querschnittsansicht) | ⑫ } Port für elektron. Pyrometer oder mit (13) |
| ⑥ Substrat, z.B. Wafer (100 mm) | ⑬ } Schauglas-Port z.B. für Ellipsometrie |
| ⑦ Substrat-Hebevorrichtung bzw. „Pedestal“ | ⑭ Optischer Pfad zwischen Port (12) und (13) |

Der Schauglas-Port (12) wurde zuvor und im Rahmen dieser Arbeit nur für ein elektronisches Pyrometer verwendet. Laut Aussage³² des vorherigen Nutzers lassen sich die Ports (12) und (13) auch für eine Schichtdickenmessung mittels optischer Ellipsometrie nutzen, da beide Ports einen entsprechenden Winkel zueinander aufweisen ($\varphi_0=36^\circ$). Diese Option wurde aufgrund des apparativen, finanziellen und zeitlichen Aufwands nicht näher in Betracht gezogen, wäre aber im Rahmen dieser Arbeit durchaus reizvoll gewesen – mitunter auch, um den Brechungsindex einer dünnen Schicht in-situ zu bestimmen, was z.B. im Falle von DLC ein Hinweis auf spezifische Materialeigenschaften liefert [Varhue et al., 1990].

4.9 RF-System zur Plasmaanregung

In diesem Abschnitt werden die Komponenten näher betrachtet, mit denen sich ein Niederdruckplasma im MHz-Bereich erzeugen und anregen lässt, wie bereits im Abschnitt 4.2.1 einleitend erwähnt. Die Grundlagen zur Nutzung eines solchen Niederdruckplasmas, wie z.B. die Wirkungsweise im sog. RIE-Betriebsmodus, wurde in Kapitel 2 umrissen.

Anhand von Abb. 4.18 werden die einzelnen Komponenten für eine solche Plasmaanregung beschrieben. Der Hochfrequenzgenerator (1) „RF-5“ (Fa. RFPP) liefert eine RF-Leistung von bis zu 500 W bei einer Grundfrequenz von $13,56 \text{ MHz} \pm 0,01 \%$. Die Bedienung des Generators kann entweder manuell über die Gerätefront erfolgen (Einstellung „local“) oder über die PECVD-Applikation (Einstellung „remote“; Details siehe z.B. Kapitel 5 und 6).

Der Generatorausgang ist für einen Wellenwiderstand von $(50 \pm 5) \text{ Ohm}$ ausgelegt, so dass sich z.B. ein Koaxialkabel des Typs RG218 eignet. Die RF-Leistung kann und sollte jedoch nicht direkt einem Niederdruckplasma (2) zugeführt werden, da dieses typischerweise eine deutlich abweichende Eingangsimpedanz aufweist. Aufgrund einer Fehlanpassung der Impedanzen würde es folglich zu einer unerwünschten Reflexion der eingekoppelten RF-Leistung am Niederdruckplasma kommen. Dies würde nicht nur die maximal mögliche Leistungseinkopplung reduzieren (und damit z.B. die Plasmadichte oder Bias-Spannung), sondern würde zudem die Funktion des RF-Generators beeinträchtigen (Überlastung oder Zerstörung der Endstufe). Maximal ist bei diesem Generator eine zurück reflektierte RF-Leistung von 37 W zulässig [EqMan1]. Aus dem Grund wird die RF-Leistung zunächst über ein Koaxialkabel (3) – im Englischen auch als „transmission line“ bezeichnet – der Einheit (4) „AM-5“ zugeführt. Diese Einheit beinhaltet ein Anpassungsnetzwerk, das im Wesentlichen aus zwei variablen Drehkondensatoren C1 und C2 sowie einer Luftspule L1 besteht. Aufgrund der Bauteilanordnung wird dieser Aufbau auch als „L-Netzwerk“ bezeichnet und ist für niederohmige Impedanzen von etwa fünf Ohm ausgelegt. Das Anpassungsnetzwerk transformiert letztlich die 50 Ohm-Lastimpedanz des Generatorausgangs bzw. der Zuleitung (3) auf die kapazitive, resistive und induktive Charakteristik des Niederdruckplasmas [AE, 2006], die sich auch während des Prozesses ändern kann. Ebenso ist die Länge der Zuleitung (3) zu beachten, da es ansonsten zu einer Reflexion vom Eingang des Anpassungsnetzwerks kommen würde. Die Länge des Koaxialkabels (5) ist hingegen unwesentlich, weil in diesem Zuleitungsbereich ohnehin eine Impedanzanpassung erforderlich ist.

32 telefonische Korrespondenz mit Herrn Dr. Sah vom 14.01.2014

Um eine Impedanzanpassung vorzunehmen, wird mit einer Detektoreinheit (6) nicht nur die reflektierte RF-Leistung ermittelt, sondern separat die Größe der Amplitude und Phasenlage. Die entsprechenden analogen Signale werden dann der Regeleinheit bereitgestellt (rote Linie in Abb. RF-1). Je nach Signalhöhe und Polarität steuert diese Regeleinheit im automatischen Modus über Servomotoren die variablen Kapazitäten. Über das Signal der Phasenlage wird der Abstimmkondensator C1 mit dem Servomotor S1 geregelt, das Amplitudensignal steuert mit dem Servomotor S2 den Lastkondensator C2. Die Regeleinheit positioniert die beiden Kondensatoren soweit, bis die reflektierte RF-Leistung minimal ist. Die relative Positionsstellung der beiden Drehkondensatoren lässt sich anhand der Zeigerinstrumente (7) ablesen.

Über den RF-Generator kann einerseits eine RF-Leistung eingestellt werden, die in das Niederdruckplasma eingekoppelt werden soll. Andererseits ist es auch möglich, eine gewünschte Bias-Spannung für die Arbeitselektrode (8) bzw. ein Substrat vorzugeben (vergleiche Kapitel 2). Diese Spannung wird von einer internen Elektroneinheit (9) in dem Anpassungsnetzwerk erfasst und über die Regeleinheit (7) dem RF-Generator bereitgestellt (braune Linien). Der Generator zeigt diese Bias-Spannung an und regelt die erforderliche RF-Leistung automatisch ein. Diese Vorgaben sind auch über die PECVD-Applikation einstellbar.

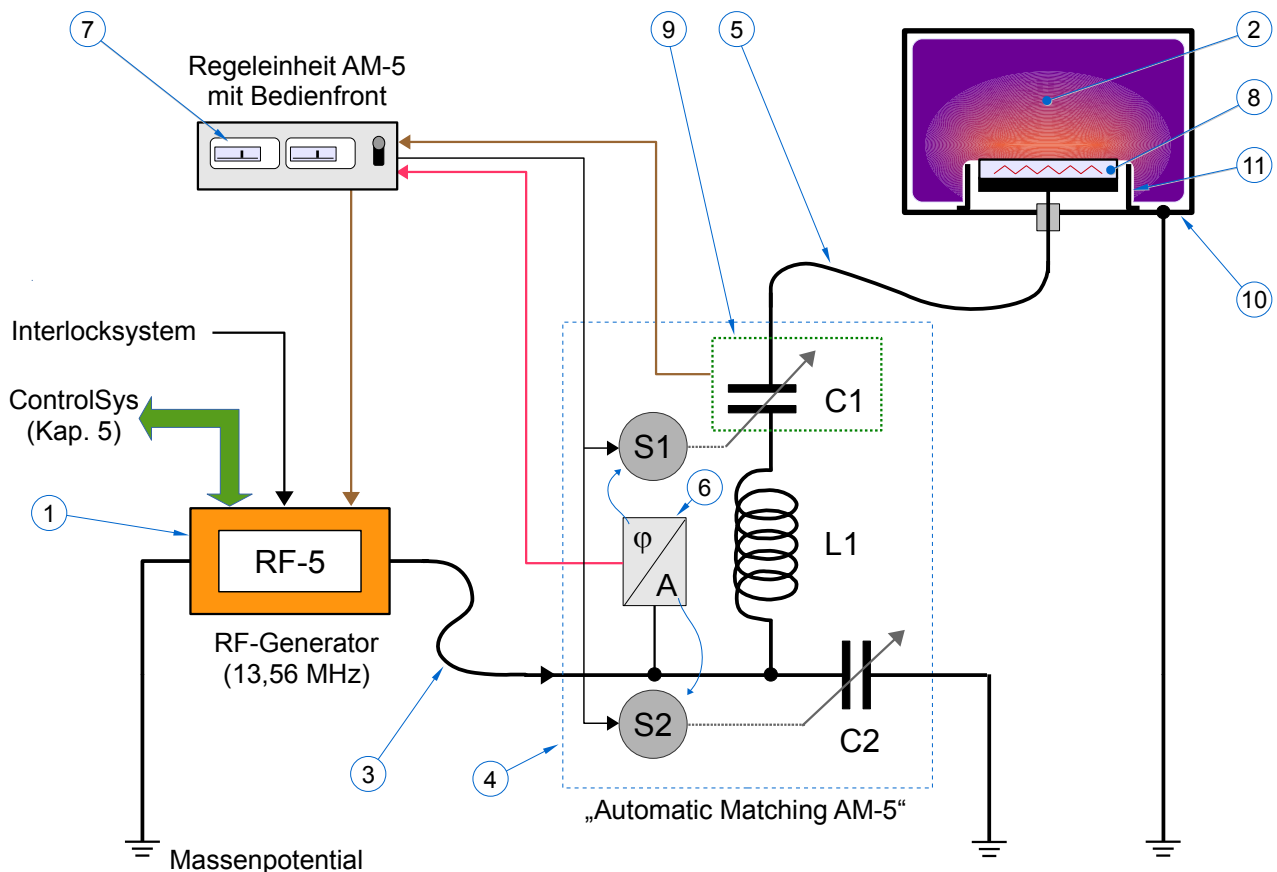


Abb. 4.18: Komponenten zur Erzeugung und Anregung eines Niederdruckplasmas im MHz-Bereich

Weitere Details zum Aufbau der Prozesskammer (10), wie z.B. die Bedeutung eines Dunkelraumschilds (11), werden in Kapitel 2 erläutert. Über welche Signalleitungen der RF-Generator gesteuert und Prozesswerte erfasst werden, wird in Kapitel 5 erwähnt, insbesondere anhand der Abb. 5.5 (**ControlSys-AIO**). Weiterführende Informationen zur Gerätebedienung finden sich auch in der Original-Dokumentation wie [EqMan1].

4.10 Beschreibung des Anlagenbereichs (E) - ECR-Plasmaquelle

In diesem Abschnitt werden die einzelnen Komponenten der ECR-Plasmaquelle näher erläutert, mit der sich ein Niederdruckplasma im GHz-Bereich erzeugen lässt. Für die dazugehörigen Betriebs- und Steuergeräte erfolgte bereits im Abschnitt 4.2.1 und 4.5.2 eine ausreichende Beschreibung zur Bedienung. Eine reale Ansicht der ECR-Plasmaquelle war zur Übersicht unter anderem in Abb. 4.1 gezeigt worden, ergänzt durch eine vereinfachte schematische Darstellung in Abb. 4.2. An dieser Stelle werden nun Details zu den einzelnen Komponenten und deren Funktion betrachtet. Die Grundlagen zur Erzeugung eines solchen Niederdruckplasmas wurden bereits in Kapitel 2 umrissen.

Abb. 4.19 zeigt eine detaillierte Ansicht der ECR-Plasmaquelle „Astex ECR AX4400“. Abb. 4.20 liefert dazu anhand einer 3D-CAD-Darstellung eine andere überschaubare Perspektive, bei der nur die wesentlichen Komponenten für die Mikrowelleneinkopplung zu sehen sind. Zur Vereinfachung wurden die Verbindungselemente nicht dargestellt. In beiden Abbildungen sind die Bezeichnungen weitestgehend identisch, um die Komponenten einfacher vergleichen zu können.

Im Wesentlichen besteht die ECR-Plasmaquelle aus einer Baugruppe, die Mikrowellenstrahlung erzeugt und kontrolliert in den oberen Bereich der Prozessanlage einkoppelt sowie einem Elektromagneten, um das benötigte statische Magnetfeld für die ECR-Bedingung zu erfüllen. In dem Gehäuse (1) befindet sich ein luftgekühltes Magnetron, das sich bis zu einer Ausgangsleistung von 1000 W nahezu stufenlos regeln lässt. Die Mikrowellen gelangen vom Magnetron zunächst zu einem Drei-Wege-Zirkulator (2) und passieren diesen geradlinig. Über einen winkelförmigen Rechteckhohlleiter (3) werden die Mikrowellen zu einem Drei-Stift-Tuner (4) geführt. Sie gelangen über einen U-förmigen Rechteckhohlleiter (5) zu dem Modenkonverter (6), um letztlich durch ein (dielektrisches) Quarzglasfenster in die Prozesskammer eingekoppelt zu werden, siehe 3D-CAD-Darstellung in Abb. 4.14 und 4.15.

Wenn die ECR-Bedingung erfüllt ist, werden die Mikrowellen von einem gezündeten Plasma absorbiert und heizen es. Dafür ist ein ausreichend niedriger Druck in der Prozesskammer erforderlich ($p < 0,1$ mbar) sowie – bei einer Mikrowellenfrequenz $f_{MW} = 2,45$ GHz – eine magnetische Flussdichte von $B = 87,5$ mT. Diese Flussdichte wird im Joch des Elektromagneten (7) erzeugt und herrscht im zentralen Bereich, der mit (8) in Abb. 4.18 markiert ist. Damit in dem zylindrischen Bereich das Plasma homogen angeregt und geheizt wird, kommt ein Modenkonverter (6) zum Einsatz. Die Mikrowellen auf dem Weg vom Magnetron bis zu dieser Komponente sind TE_{10} linear polarisiert und werden dort zu einer TM_{01} zirkular polarisierten Mikrowellenstrahlung konvertiert.

Oft liegt eine Fehlanpassung der Impedanz zwischen Magnetron und ECR-Plasma vor. Zur manuellen Impedanzanpassung wird deshalb ein Drei-Stift-Tuner verwendet. Er besteht aus drei kapazitiven nicht kontaktierten Stiften, die entlang der Mikrowellenausbreitung positioniert sind. In Abb. 4.19 sind diese Stifte in einem Gehäuse eingebettet, gekennzeichnet mit (l), (m) und (r). Eine Impedanzanpassung wird vorgenommen, indem die Stifte nacheinander mit Hilfe einer Stellschraube (9) in oder aus dem Hohlleiter bewegt werden, so dass die reflektierte Mikrowellenleistung minimal wird.

Als Schutzmaßnahme für eine unabsichtliche Reflexion der Mikrowellenleistung dient der Drei-Wege-Zirkulator, auch „Isolator“ genannt. Diese Komponente besitzt drei Zugänge oder „Ports“, von denen jeweils zwei senkrecht zueinander stehen (in Abb. 4.20 zu erkennen). Läuft eine Mikrowelle in einen Port ein, so wird diese in einem solchen Zirkulator nach Möglichkeit nach rechts abgelenkt. Vom Magnetron kommend kann die Mikrowelle jedoch nur geradlinig den Zirkulator passieren. Eine zurück reflektierte Mikrowelle wird dagegen beim Durchgang nach rechts in den kleinen winkelförmigen Hohlleiter abgelenkt, (10) in Abb. 4.19. Auf diese Weise gelangt die Mikrowellenleistung nicht zurück in das Magnetron und würde dort eine Überlastung verursachen, sondern zu einer Ersatzlast bzw. in einen Absorber (11), der mit einer Wasserkühlung (12) versehen ist. Diese reflektierte Leistung wird mit einer Detektoreinheit (13) gemessen und auf dem Steuergerät des Magnetrons angezeigt (AX2110).

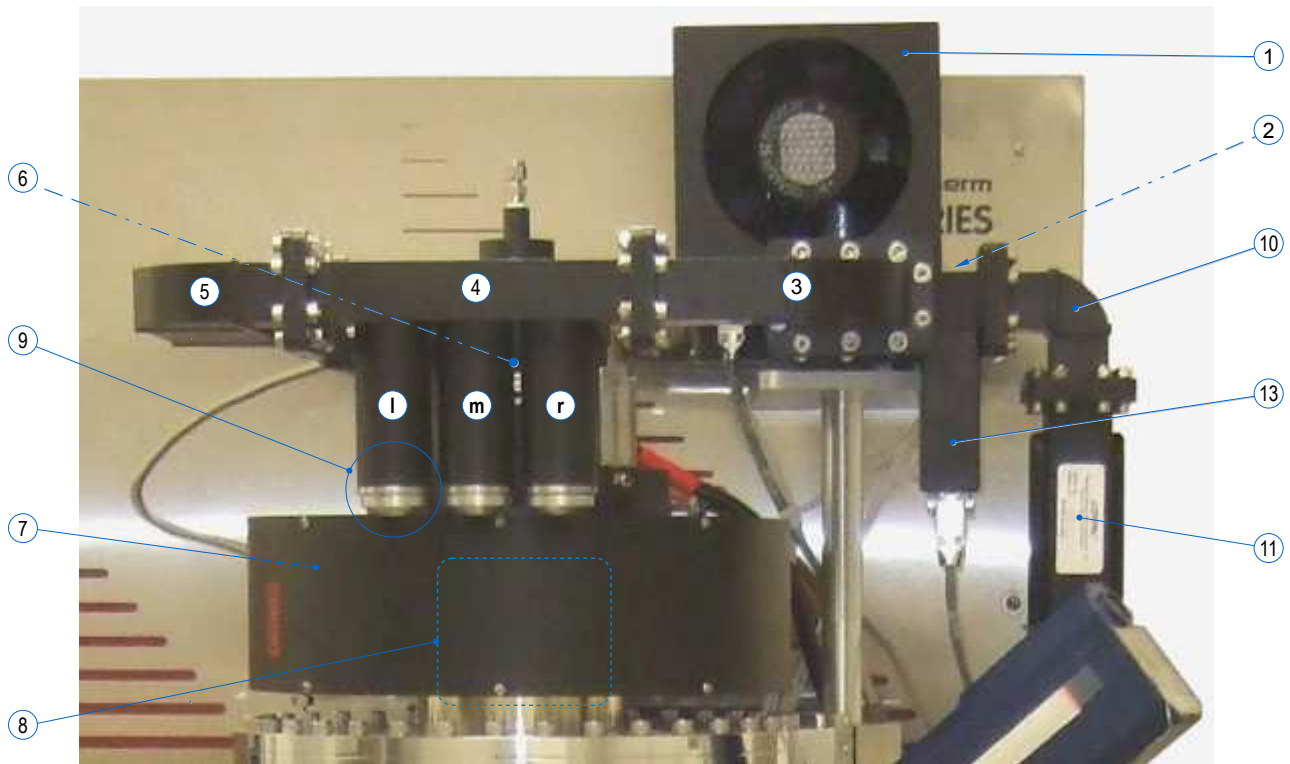


Abb. 4.19: Ansicht der ECR-Plasmaquelle „Astex ECR AX4400“, Erläuterung im Text

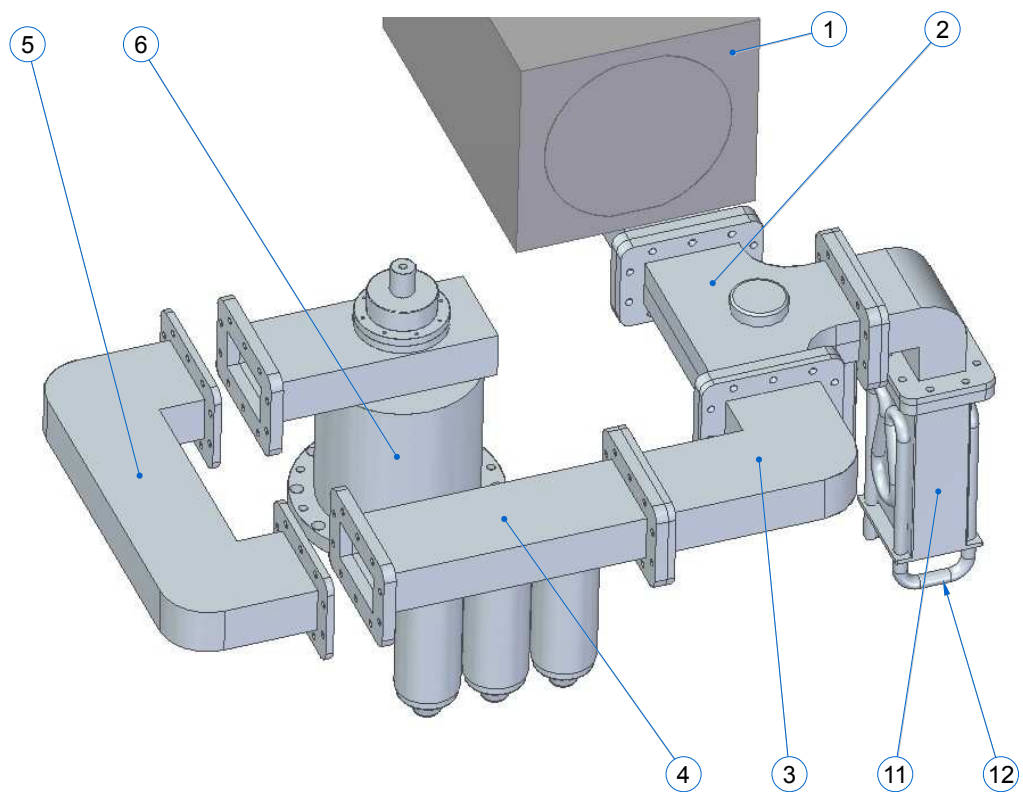


Abb. 4.20: 3D-CAD-Darstellung der ECR-Plasmaquelle „Astex ECR AX4400“, Erläuterung im Text

4.11 Beschreibung des Anlagenbereichs (F) - Gasversorgungseinheit

In der Frontansicht der PECVD-Anlage ist im oberen Bereich der Abb. 4.1 eine Metallabdeckung zu erkennen. Dahinter befindet sich der Anlagenbereich (F) für die Regulierung der Prozessgase, mit dem auch eine „Up-Stream“-Druckregelung möglich ist (vergleiche Abschnitt 4.7.1). An dieser Stelle werden die Prozessgase der Anlage zugeführt, deren Massenflüsse geregelt und gelangen schließlich über zwei Leitungen zur Prozesskammer. Abb. 4.21 gibt einen ersten Einblick in den gastechnischen Aufbau, der in der Original-Dokumentation auch als „Gas Enclosure Panel“ bezeichnet wird. Aufgrund von Abweichungen in [UserMan] – wie z.B. auf Seite 2-28 – und um die Übersichtlichkeit zu verbessern wurde eine überarbeitete, schematische Übersicht dieses Aufbaus erstellt, siehe **GaSys-MFC** in Abb. 4.22. Die Benennungen der einzelnen Komponenten sind in den Abb. 4.21 und Abb. 4.22 weitestgehend identisch, so dass sich der reale Aufbau einfacher mit der schematischen Darstellung vergleichen lässt. Anhand eines ausgewählten „Gaspfades“ in Abb. 4.21 sollen die einzelnen Komponenten näher erläutert werden.

Die Prozessgase befinden sich standardmäßig in einer Druckgasflasche (Größe: 10 l, Fülldruck: 200 bar). Das jeweilige Gas wird mit einem Druckminderer entnommen, der für die Gasart entsprechend ausgelegt und auf einen Auslassgasdruck von z.B. 1,5 bar eingestellt ist. Über eine Gasleitung (z.B. Schlauch aus Polyamid, PA-6) gelangt das Prozessgas zum Teilsystem **GaSys-MFC** bzw. auf die Rückseite des „Gas Enclosure Panels“. Der Anschluss erfolgt dort mit einer metallgedichteten Schraubverbindung (Cajon[®] 4-VCR). Diese Art wird auch bei den übrigen lösbaren Stellen des gastechnischen Aufbaus eingesetzt. Die Rohrleitungen und dazugehörigen Bauteile bestehen aus Edelstahl.

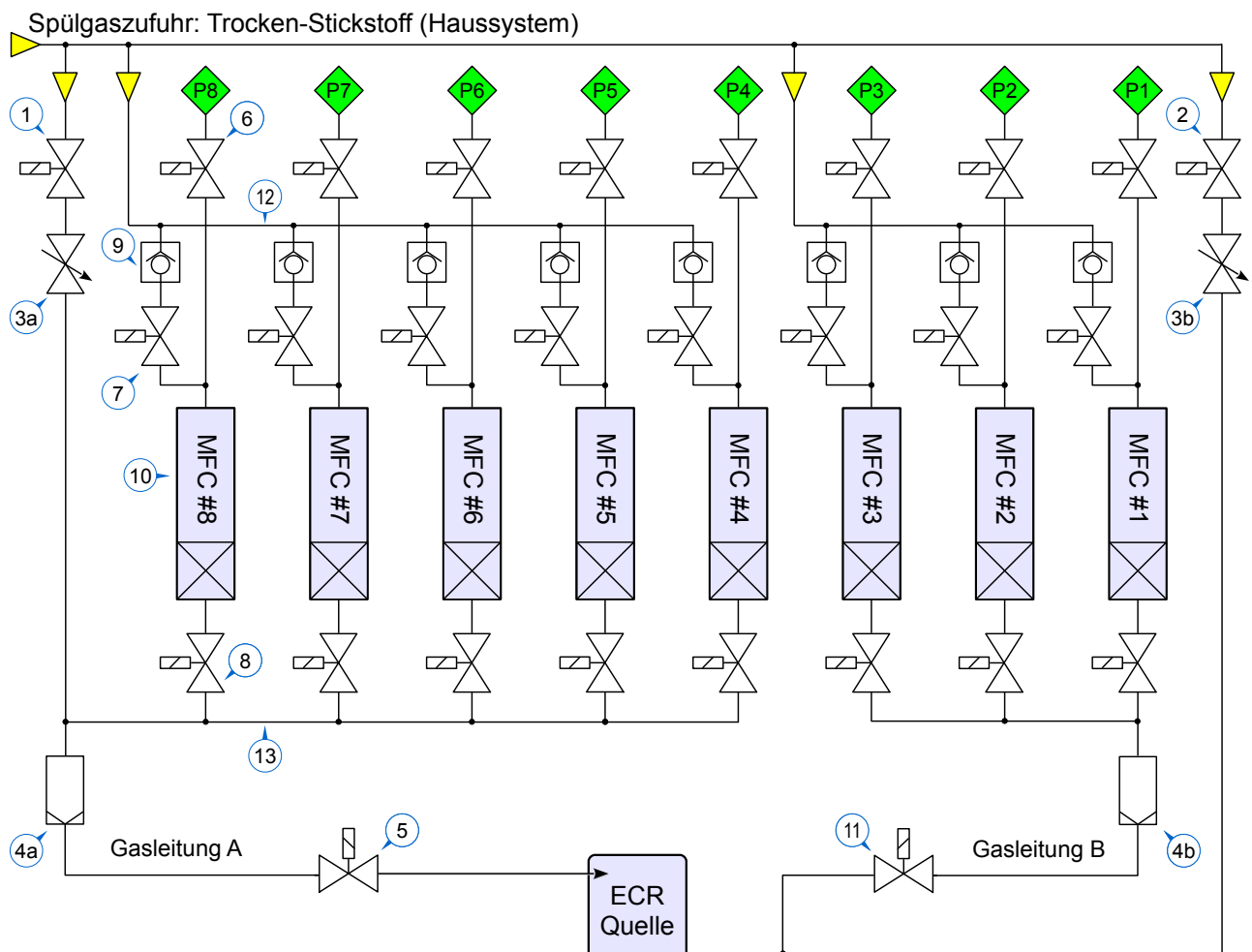
Welche Prozessgase an den insgesamt acht verfügbaren Anschlussports (P1 bis P8) angeschlossen sind, ist der Hinweisbox rechts unten zu entnehmen. Am Beispiel des Prozessgases Methan (CH₄, Port P8) sollen nun die einzelnen Komponenten entlang des primären „Gaspfades“ erläutert werden. In Abb. 4.21 ist dieser Pfad mit einer hellgrünen, gestrichelten Linie dargestellt, beginnend mit der hellgrünen Raute **P8**. Sobald das Absperrventil (6) **MFC#8-V-Pro** geöffnet ist, gelangt das Prozessgas zum Massenflussregler (10) **MFC#8**, der den aktuellen Gasfluss misst und ihn je nach Sollwertvorgabe regelt. Das Kreuz in den symbolisch dargestellten Massenflussreglern stellt ein Steuerventil dar; Details zur genaueren Funktionsweise eines solchen Reglers werden in Abschnitt 4.11.1 beschrieben. Ein Gasfluss kann sich erst dann tatsächlich einstellen, wenn das Absperrventil (8) **MFC#8-V-Iso** geöffnet ist. Hauptsächlich dient es zur gasdichten Isolation in Richtung Prozesskammer, da ein Massenflussregler konstruktionsbedingt nicht zu 100 % schließt und eine merkliche Leckrate besitzt. Für den Fall, dass der Gaspfad zum betreffenden Massenflussregler mit einem inerten Gas wie Stickstoff gereinigt/gespült (engl. flush) werden muss, wird das Absperrventil (7) **MFC#8-V-Flu** geöffnet, das Rückschlagventil (9) verhindert dabei, dass ein Fremdgas in die Spülgaszufuhr gelangen kann. Die regulierten Gasflüsse werden dann über die (13) **Sammelleitung** zur **Gasleitung A** geführt und letztlich zur **ECR-Quelle** der Prozesskammer; das Absperrventil (5) dient als letzte Sicherheitsinstanz. Wie auf dem rechten Teil des Schemas in Abb. 4.22 zu erkennen, ist der gastechnische Aufbau für die Versorgung des **Gasrings** analog, zu dem die **Gasleitung B** führt. Hier stehen allerdings nur drei Prozessgaspfade zur Verfügung, während es für die ECR-Quelle fünf Gaspfade sind. Zum direkten Spülen und Belüften der Prozesskammer mit einem inerten Gas (Stickstoff) werden die Absperrventile (1) **V-PCH-PURGE** bzw. (2) **V-PCH-VENT** aktiviert. Diese und die übrigen Ventil-Bezeichnungen finden sich auch im LabVIEW-Code und der Benutzeroberfläche wieder. Jedes Absperrventil wird pneumatisch betrieben, wofür entsprechende Steuerplatinen verwendet werden, die sich letztlich über die LabVIEW-Applikation betätigen lassen.



Abb. 4.21: Ansicht des „Gas Enclosure Panels“ (GaSys-MFC)

- | | |
|---|---|
| ① Absperrventil Spülgas, V-PCH-PURGE | ⑫ Verteilerleitung für Spülgaszufuhr (Beispiel) |
| ③a Dosierventil, manuell | ⑬ Sammelleitung: Prozessgase (Gasleitung A) |
| ⑥ Absperrventil für Prozessgaszufuhr, hier: MFC #8, V-Pro | ⑭ Linke Tür von MFC-Panel / „Gas Enclosure“ |
| ⑦ Absperrventil für Spülgaszufuhr, hier: MFC #8, V-Flu | ⑮ Halterung mit Sicherheitschalter (Interlock) |
| ⑧ Absperrventil für Prozessgasfreigabe, hier: MFC #8, V-Iso | |
| ⑩ Massenflussregler, hier: MFC #8 | |

Vergleiche auch: Abb. 4.22



Erläuterung

- ① Absperrventil Spülgas, V-PCH-PURGE
- ② Absperrventil Belüftungsgas, V-PCH-VENT
- ③ a/b: Dosierventil, manuell
- ④ a/b: Gaspartikelfilter
- ⑤ Absperrventil für Gaszufuhr „ECR-Quelle“
- ⑥ Absperrventil für Prozessgaszufuhr, hier: MFC#8-V-Pro
- ⑦ Absperrventil für Spülgaszufuhr, hier: MFC#8-V-Flu
- ⑧ Absperrventil für Prozessgasfreigabe, hier: MFC#8-V-Iso
- ⑨ Rückschlagventil
- ⑩ Massenflussregler, hier: MFC#8 Σ ControlSys: PCI-6224, PCI-6307
- ⑪ Absperrventil für Gaszufuhr „Gasing“
- ⑫ Verteilerleitung für Spülgaszufuhr (Beispiel)
- ⑬ Sammelleitung für Prozessgase, hier: für Gasleitung A

Hinweis: Ansteuerung aller Absperrventile
über „Pneumatik-Boards“ Σ ControlSys: PCI-6512

Prozessgase			
\diamond P1	-	\diamond P5	H ₂
\diamond P2	-	\diamond P6	Ar
\diamond P3	-	\diamond P7	He
\diamond P4	O ₂	\diamond P8	CH ₄

Prozessgasquelle (Standard):
10L-Gasflasche (Größe: B10),
Entnahme über zweistufigen
Druckminderer, eingestellter
Druck: 1,5 bar
→ DEV-Liste o. ä.

Abb. 4.22: Schematische Übersicht des „Gas Enclosure Panels“ (GaSys-MFC)

4.11.1 Funktionsbeschreibung eines thermischen Massenflussreglers

Wie im letzten Abschnitt erwähnt, wird die Zufuhr von Gasen in die Prozesskammer mit Hilfe eines Massen(durch)flussreglers reguliert. Das allgemeine Funktionsprinzip ist in Abb. 4.23 skizziert. Zunächst tritt das gasförmige Medium über den Einlass **EIN** in jenen Teil ein, der den Massendurchfluss ermittelt. Während der Hauptstrom über den sog. Bypass (1) fließt, passiert ein kleiner Anteil des Gases eine parallel liegende Kapillare (2), die oft als Sensorrohr bezeichnet wird. Um eine laminare Strömung und ein konstantes Verhältnis beider Gasströme zu gewährleisten, befindet sich im Hauptstrom (1) ein Restriktor (3), der einen definierten Strömungswiderstand bewirkt. Der anteilige Gasstrom im Sensorrohr (2) wird nun bestimmt, indem eine Veränderung im Temperaturprofil entlang der Flussrichtung gemessen wird. Dazu wird das Sensorrohr mit einer bestimmten Leistung **P** durch ein Heizelement (4) mittig erwärmt und die Temperatur an dem Punkt **T₁** und **T₂** registriert; (5) zeigt z.B. einen Temperaturpunkt bevor das Gas zum Heizelement gelangt. Strömt kein Gas durch das Sensorrohr, sind die Temperaturen **T₁** und **T₂** identisch und es stellt sich ein symmetrisches Temperaturprofil ein, siehe Skizze oben mit hellgrau unterlegter Kurve. Sobald ein Gas fließt, kommt es zu einem Wärmetransport in Richtung **T₂**, so dass sich die Temperatur **T₂** erhöht, während **T₁** absinkt. Infolge dessen verlagert sich das Maximum des Temperaturprofils nach rechts, vergleiche hellgrün unterlegte Kurve in der oberen Skizze. Insbesondere zur thermischen Stabilisierung ist das Sensorrohr in einem schützenden Gehäuse (6) eingebettet.

Aus der Temperaturdifferenz $\Delta T = T_2 - T_1$ lässt sich nun mit Hilfe einer Auswerteelektronik **Control** der Massendurchfluss ermitteln. Der resultierende Istwert dient zur Ansteuerung einer Elektronik **S**, welche das Proportional-Ventil (7) mit der Solenoiden (8) stetig öffnet oder schließt. Je nach „Öffnungsgrad“ des Ventils stellt sich ein Gas- bzw. Massenfluss ein, der den Regler beim Auslass **AUS** verlässt. Der Istwert des Massenflusses wird üblicherweise über eine Schnittstelle ausgegeben: z.B. entspricht ein analoges Spannungssignal **Flow** 0 bis 5 V-DC einem linearen Mess- und Regelbereich von 0 bis 100 sccm. Der Sollwert **S.P.** (engl. „set point“) gibt den gewünschten Massenfluss vor und wird als entsprechendes Signal an die Auswerteelektronik **Control** übergeben. Zum Betrieb benötigt ein Massenflussregler eine Niederspannung **U**, die zu einer entsprechenden Versorgungseinheit **Power** gelangt.

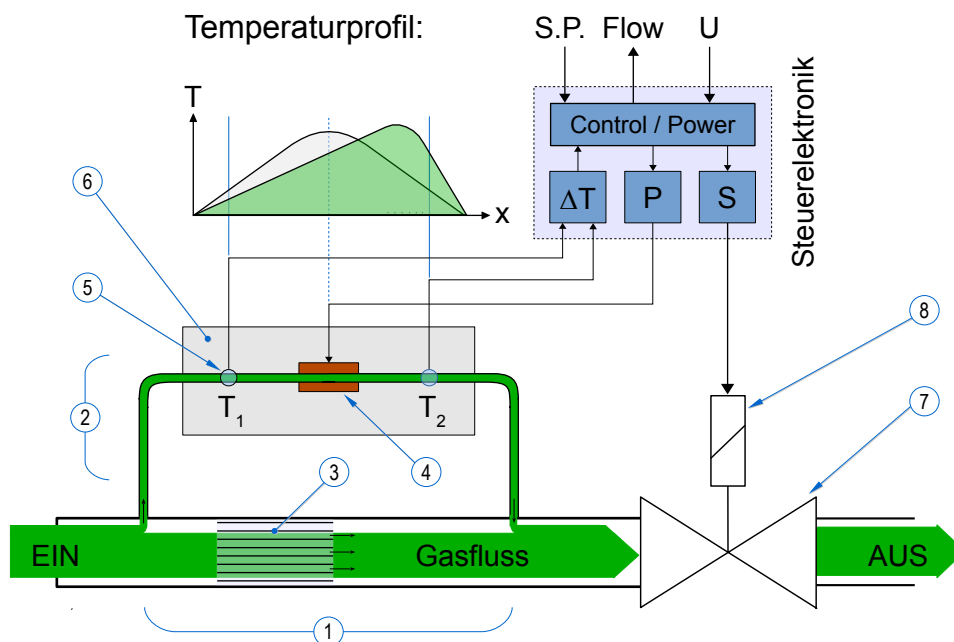


Abb. 4.23: Funktionsprinzip eines Massendurchflussreglers

Abb. 4.24 zeigt den inneren Aufbau mit den wesentlichen Komponenten eines Massendurchflussreglers, vergleiche auch die schematische Darstellung in Abb. 4.23. Es handelt sich dabei um den Typ 1179B der Fa. MKS Instruments, der nahezu baugleich mit dem Typ 1159B ist, welcher im „Gas Enclosure Panel“ eingesetzt wird. Der reale Regelbereich des Typs 1159B liegt bei 1 bis 100 % (F.S. = „full scale“) mit einer Genauigkeit von ± 1 %. Da das Proportional-Ventil konstruktionsbedingt nicht vollständig schließt, wird oft ein nachfolgendes Absperrventil empfohlen. Die Gaszufuhr mit einem maximalen Druck von 150 psig (ca. 10,3 bar) erfolgt mit einer VCR-Verbindung (1), bei der eine dünne Metallscheibe mit Bohrung als Dichtung fungiert (Cajon[®], Typ: 4-VCR male/4,88 “). Der Gasauslass (2) mit dem regulierten Massendurchfluss besitzt den gleichen Verbindungstyp. Im unteren Bereich (3) befindet sich die Bypass-Leitung mit Restriktor, durch welche der Hauptanteil des Gases laminar strömt. Links oberhalb dieser Leitung befindet sich eine „Messzelle“ (4), welche das Sensorrohr samt Heizelement bzw. „Temperatursensoren“ beinhaltet (zwei hochohmige Wicklungen dienen zugleich als Heizelement und zur Temperaturbestimmung). Aufgrund des soliden Aufbaus wird laut Herstellerangabe eine Aufwärmphase von mindestens 30 Minuten empfohlen. Neben der „Messzelle“ ist das Proportional-Ventil montiert, von dem jedoch nur das Gehäuse der Solenoiden (5) zu erkennen ist; ohne Betriebsspannung ist das Ventil standardmäßig geschlossen (N/C = engl. „normally closed“). Die Steuerelektronik (6) umfasst diverse Komponenten für z.B. die Bestimmung des Massendurchflusses oder elektromagnetische Ansteuerung des Ventils (5), zu dem die zwei roten Kabel führen. Als Schnittstelle zu dieser Elektronik bzw. zum Massenflussregler ist ein sog. (obsoleter) „P.C. Edge Card Connector“ (7) vorhanden. Unter anderem erfolgt hierüber eine Spannungsversorgung mit ± 15 V-DC (180 bis 300 mA) sowie die Ausgabe des aktuellen Massenflusses („Flow“ 0 bis 5 V-DC) und Vorgabe eines Sollwerts („set point“ 0 bis 5 V-DC). Weitere Angaben zur Kontaktbelegung können dem Aufdruck auf dem Gehäuse (8) entnommen werden.

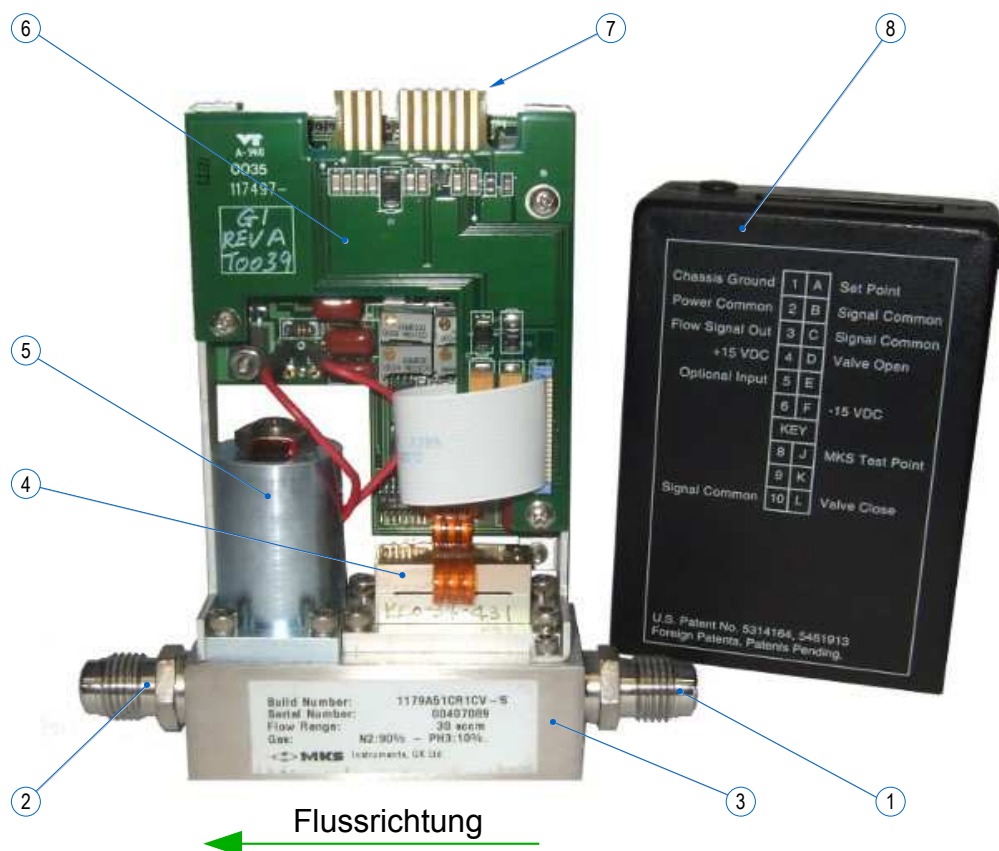


Abb. 4.24: Innensicht eines Massendurchflussreglers (MKS, Typ 1179B)

4.12 Teilsysteme für die Versorgung mit Spülgas und Druckluft

Für den Betrieb der PECVD-Anlage sind nicht nur Prozessgase erforderlich, sondern auch gasförmige Medien zur Reinigung („Spülen“) der Gasversorgungseinheit sowie zur Belüftung der Rezipienten und der dazugehörigen Pumpsysteme (*VacSys-LL/-PCH*). Außerdem wird für die zahlreichen pneumatisch betriebenen Ventile Druckluft benötigt. Die entsprechenden Teilsysteme werden im Folgenden näher beschrieben.

4.12.1 Teilsystem für die Spülgasversorgung (*GaSys-PG*)

Für den Betrieb des PECVD-Systems wird trockener Stickstoff als gasförmiges Medium zum Belüften und (Durch-)Spülen verwendet. Dieses Gas wird vom Haussystem des Instituts (IKP) bereitgestellt und stammt aus einem Flüssigstickstoff-Tank, bei dem kontinuierlich ein kleiner Anteil verdampft und entnommen wird.

Welche einzelnen Komponenten mit Trockenstickstoff (gelbes Dreieck) versorgt werden, ist in Abb. 4.25 schematisch dargestellt; dieses Teilsystem wird im Rahmen der Arbeit als *GaSys-PG* bezeichnet (Spülgas, engl. **purge gas**). Von der Verteilerleiste (1), die an der Wand montiert ist, führt eine Gasleitung zunächst zu einem einstellbaren Druckregler (2). Mit Hilfe der mechanischen Manometeranzeige lässt sich der Ausgangsdruck ablesen, z.B. wenn ein gewünschter Wert abgestimmt werden soll. Da sich der Druckregler im angrenzenden Versorgungsraum befindet, ist zusätzlich ein Druckschalter (3) zur entfernten Drucküberwachung installiert. Sobald ein bestimmter Druck unterschritten wird (Ausfall des Haussystems, Leckagen), wechselt der Druckschalter seinen Schaltzustand, der elektrisch erfasst werden kann, siehe Kapitel 5: *ControlSys-DIO* / PCI-6511-(A). Insofern die PECVD-Applikation aktiv ist, wird eine entsprechende Alarmmeldung ausgegeben.

Ein Ausfall von Trockenstickstoff ist für den Betrieb der PECVD-Anlage nicht umgehend kritisch, kann jedoch zu steigenden Betriebsstörungen führen. Der Druckschalter dient vornehmlich zur Versorgungskontrolle des Inertgas-Systems (4), das zum Spülen der Drehschieberpumpe Trivac D65BSC eingesetzt wird. Ein anderer Gasstrom des Trockenstickstoffs gelangt zum Anschlusspaneel der PECVD-Anlage („Fluid Input Panel“) bzw. einer Verteilerleitung (5), die unmittelbar dahinter installiert ist (rückseitig der linken Hauptkonsole). Innerhalb der PECVD-Anlage befinden sich auch die übrigen Komponenten, die mit einem trockenen Spülgas versorgt werden. In Abschnitt 4.7 wird erläutert, welche konkrete Funktion ein Gasventil wie z.B. V-PCH-PRG-TMP besitzt. Zur ursprünglichen Ausstattung der PECVD-Anlage gehört auch ein weiterer Druckschalter (6), der sich direkt an der internen Verteilerleiste befindet und eine Überwachung über das Interlocksystem der Anlage ermöglicht, vergleiche Abschnitt 4.14.

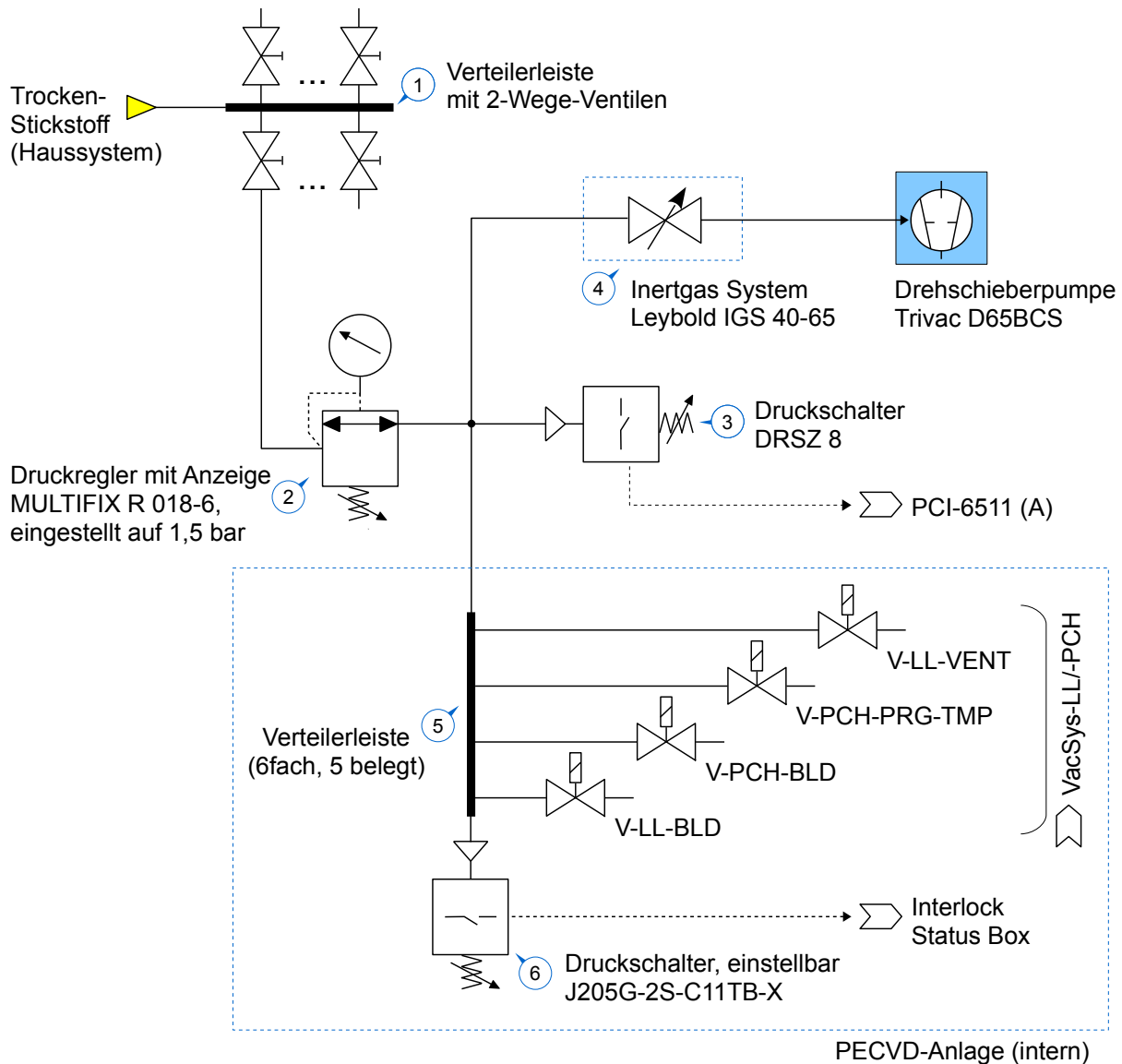


Abb. 4.25: Schematische Darstellung der Spülgasversorgung (**GaSys-PG**), Erläuterung im Text

4.12.2 Teilsystem für die Druckluftversorgung (**GaSys-CA**)

Diverse Ventile des Vakuumsystems und der Gasversorgungseinheit („Gas Enclosure Panel“) werden direkt pneumatisch betrieben. Ohne anliegende Druckluft sind die Ventile für gewöhnlich geschlossen, oft mit „N/C“ abgekürzt (engl. **n**ormally **c**losed). Mittels elektrisch betriebener Magnetventile (Solenoid) gelangt die Druckluft zu einem Vakuum- oder Gasabsperrentil, das sich dann öffnet. Meist führt eine Druckluftleitung vom jeweiligen Magnetventil zu dem lokal entfernten Ventil. Eine Übersicht dieser Vakuum- und Gasabsperrentile ist in Abb. 4.26 schematisch dargestellt; dieses Teilsystem wird im Rahmen der Arbeit als **GaSys-CA** bezeichnet (Druckluft, engl. **c**ompressed **a**ir).

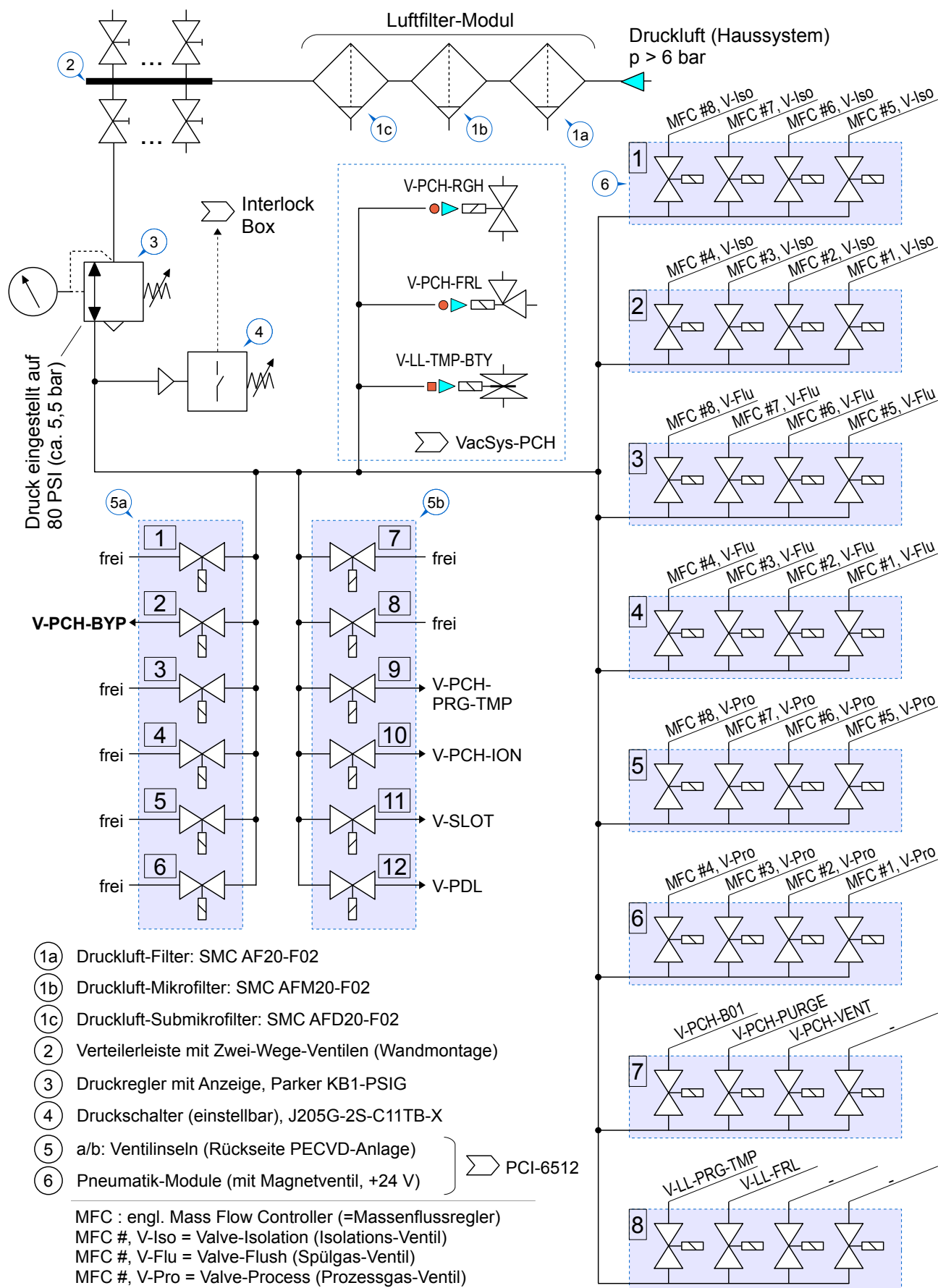


Abb. 4.26: Schematische Darstellung der Druckluftversorgung (GaSys-CA), Erläuterung im Text

Die benötigte Druckluft wird vom Haussystem des Instituts (IKP) bereitgestellt (blauer Pfeil) und sollte laut dem User's Manual [UserMan] folgenden Anforderungen entsprechen: Druckbereich zwischen 80 und 90 psig (ca. 5,5 bis 6,2 bar), Durchflussrate 5 scfm (ca. 142 l/min.) bzw. durchschnittliche Flussrate 1 scfm (ca. 28 l/min) sowie ölfrei bis 50 ppm mit einer Restfeuchte von -60 °F und maximalen Partikelgröße von 3 μm . Um insbesondere die zuletzt genannte Anforderung zu gewährleisten, gelangt die Druckluft zunächst zu einem Luftfilter-Modul mit den drei Filter-Stufen (1a), (1b) und (1c). Die öl- und nahezu partikelfreie Druckluft wird über die Verteilerleiste (2) mittels Druckleitung zum Anschlusspaneel der PECVD-Anlage geführt, das sich in der Nähe der Kühlwasser- und Spülgaszufuhr befindet. Dort ist außerhalb ein Druckregler (3) installiert, mit dem sich ein gewünschter Eingangsdruck zur Anlage einstellen und mit Hilfe einer mechanischen Manometeranzeige ablesen lässt. Innerhalb der PECVD-Anlage befindet sich ein justierbarer Druckschalter (4). Damit wird über das Interlocksystem (Abschnitt 4.14) elektronisch kontrolliert, ob die vorhandene Druckluft stets oberhalb eines Schwellenwerts liegt. Ansonsten tritt eine Alarmmeldung auf, die auch über die LabVIEW-Applikation erkennbar ist.

Folgende Ventилbereiche werden mit Druckluft versorgt:

- Auf der Rückseite der PECVD-Anlage sind zwei Ventilinsel-Armaturen (5a) und (5b) mit jeweils sechs Magnetventilen vorhanden, die vorwiegend für die Ansteuerung von Vakuumventilen zuständig sind, die über eine Druckleitung betrieben werden.
- Drei weitere Vakuumventile für das Teilsystem **VacSys-PCH** werden mit der hellblau gestrichelten Umrandung umrissen. Das jeweilige Magnetventil befindet sich unmittelbar an dem Vakuumventil, so dass keine Druckleitung notwendig ist; Details zum Betrieb des Magnetventils werden in Abb. 4.10 erläutert.
- Im rechten Bereich sind die Absperrventile für „Gas Enclosure Panel“ skizziert, die über Magnetventile betrieben werden, welche sich auf „Pneumatik-Modulen“ (6) befinden. Jeweils vier Magnetventile sind auf den insgesamt acht Modulen vorhanden, vergleiche Abschnitt 4.11.

Die elektrische Ansteuerung der Magnetventile erfolgt über das **Relais-Modul I**, welches über das **ControlSys_DIO**, siehe Kapitel 5. Stromlos sind die genannten Vakuum- und Absperrventile aufgrund fehlender Druckluft geschlossen. Eine Ausnahme stellt das Ventil V-PDL für die Substrat-Hebevorrichtung dar: der damit verknüpfte Pneumatikzylinder ist doppelwirkend und verweilt solange im letzten Schaltzustand wie der Druck aufrecht erhalten bleibt!

4.13 Teilsysteme zur Spannungs- und Kühlwasserversorgung

In den folgenden zwei Abschnitten werden jene Teilsysteme umrissen, die eine grundlegende Versorgung der PECVD-Anlage mit elektrischer Energie und Kühlwasser bereitstellen.

4.13.1 Teilsystem für die Spannungsversorgung (*PowerSys*)

Aus dem Übersichtsschema in Abb. 4.27 wird ersichtlich, mit welcher elektrischen Spannung die eingesetzten Geräte, Instrumente und Sensoren versorgt werden und welchem Teilsystem sie zugeordnet sind, siehe Legende zur Farbkennzeichnung unten rechts. Die Übersicht ist auch für eine Planungsgrundlage oder bei einer eventuellen Fehlersuche im Falle einer Störung hilfreich. Dazugehörige Angaben zu Sicherungen wurden nicht berücksichtigt, sondern können der Original-Dokumentation [Serv-Man] entnommen werden; an diesem Systembereich wurden im Rahmen dieser Arbeit ohnehin keine Modifikationen vorgenommen. Eine Überprüfung und ein Austausch von z.B. Feinsicherungen (Niederspannungen, siehe unten) ist über ein Zugangspaneel auf der Rückseite der PECVD-Anlage bzw. des Konsolensegments (A.2) möglich.

Die PECVD-Anlage wird über zwei primäre Wechselspannungsquellen gespeist:

1. 380V-AC 

Entsprechend der Spezifikation in der Original-Dokumentation [UserMan] benötigt die Anlage einen dreiphasigen Drehstromanschluss, der bis zu 100 Ampere liefern sollte und entsprechend abgesichert ist. Dieser Anschluss wurde nachträglich im Versorgungsraum des Targetlabors installiert und an die so genannte „Disconnect Box“ (1) angeschlossen. In diesem Schaltschrank (Wandmontage) befindet ein manueller Freigabeschalter (2) sowie ein Leistungsrelais (3), das sich durch das Betätigen des Hauptdruckschalters (4a) schließt. Daraufhin werden nahezu alle Komponenten mit Spannung versorgt, die sich innerhalb des großen, gestrichelten Rahmens befinden (und in oder an der PECVD-Anlage) sowie die Betriebsgeräte in der Nebenkonsole (5), auch als „ECR Pod“ bezeichnet. Eine Ausnahme stellt teilweise das **Relais-Modul II** dar, das über die zweite primäre Spannungsquelle versorgt wird, siehe unten. Die beiden Drehschieberpumpen (6) werden über die Druckschalter (4b) bzw. (4c) eingeschaltet und direkt mit dreiphasigem Drehstrom versorgt (3~). Im Detail bestehen die genannten Druckschalter aus zwei Bedienelementen, die abwechselnd auf ein Schutzrelais (Schütz) wirken: Oben befindet sich ein grüner Einschalter, unten ein roter Ausschalter. Sobald der Einschalter wirksam ist, wird dies durch ein orange leuchtendes Feld zwischen den jeweiligen Druckschaltern signalisiert; eine reale Ansicht ist z.B. in Abb. 4.4 gut zu erkennen.

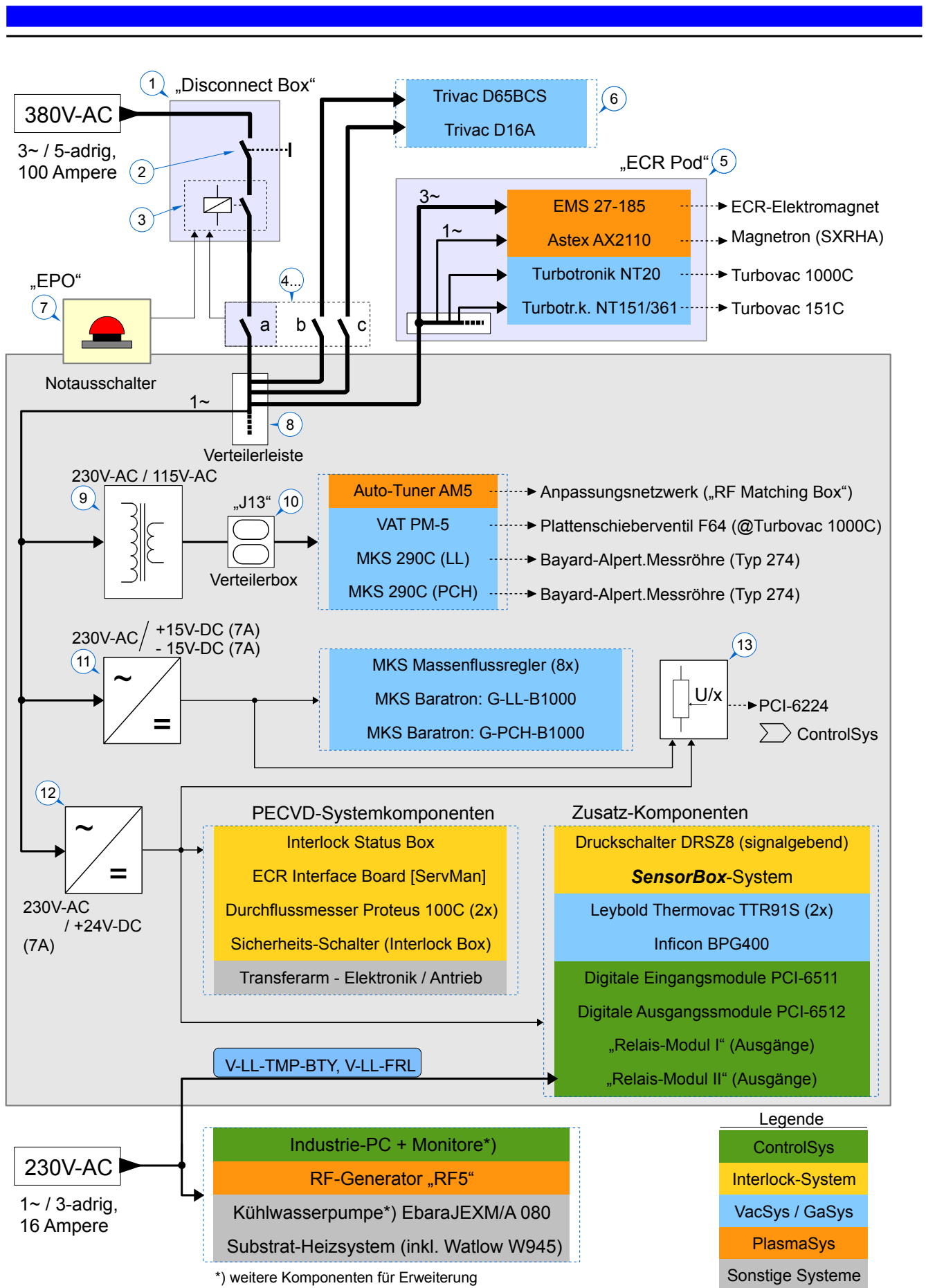


Abb. 4.27 Schematische Darstellung der Spannungsversorgung (PowerSys), Erläuterung im Text

Eine sofortige Abschaltung der PECVD-Anlage erfolgt mit dem roten Druckschalter (7), der im User's Manual auch als **EPO**³³ bezeichnet wird und sich ober rechts an der Hauptkonsole befindet; eine reale Ansicht ist in Abb. 4.3 wiedergegeben. Bei Betätigung dieses Notaus-Schalters wird das Leistungsrelais (3) geöffnet und daher die Spannungsversorgung (380 V-AC) umgehend unterbrochen. Nur jene Komponenten bleiben aktiv, die über die zweite primären Wechselspannungsquelle (230 V-AC) versorgt werden, wie z.B. der Industrie-PC („PECVD-Applikation“) oder die Kreiselwasserpumpe für die Kühlwasserversorgung. Ein erneutes Einschalten der PECVD-Anlage über (4a) ist nur möglich, wenn der **EPO**-Druckschalter (7) zurückgesetzt bzw. herausgezogen wurde!

Auch die Nebenkonzole „ECR-Pod“ wird durch den ausgelösten Notaus spannungsfrei, so dass die ECR-Plasmaquelle und beide Turbomolekularpumpen sofort abgeschaltet werden! Da üblicherweise kein unkontrollierter Gaseinlass durch einen Lufteinbruch oder eine Gasversorgung erfolgt (die Gasventile und Massenflussregler sind spannungslos geschlossen), wird die Anlage in einen betriebs sicheren Zustand versetzt – lediglich beim Wiedereinschalten der PECVD-Anlage ist Sorgfalt geboten!

Um die diversen Komponenten mit der geeigneten Spannung versorgen zu können, werden entsprechende Wandler eingesetzt, die über die Verteilerleiste (8) mit einer einphasigen Netzspannung (1~) gespeist werden:

- Ein Trenntransformator (9), der die primäre Netzspannung von 230 V-AC nach 115 V-AC herabsetzt. Über eine Steckdosenleiste (10) wird die sekundäre Wechselspannung Geräten bereitgestellt, die zur ursprünglichen Ausstattung der PECVD-Anlage gehören und einen US-spezifischen Steckertyp aufweisen (NEMA-5³⁴) wie z.B. die beiden Vakuummessgeräte MKS 290C.
- Ein doppeltes Schaltnetzteil (11), das aus den 230 V-AC zwei Niederspannungen mit +15 und -15 V-DC erzeugt. Diese symmetrische Gleichspannung wird insbesondere von analogen Massenflussreglern und „Baratron“-Messröhren älteren Typs benötigt.
- Ein Schaltnetzteil (12), das die Netzspannung von 230 V-AC in eine Niederspannung von +24 V-DC wandelt. Einerseits wird diese Gleichspannung für die Versorgung der ursprünglich bestehenden PECVD-Systemkomponenten benötigt, andererseits wurde sie im Rahmen der Systemerweiterung auch für etliche Zusatz-Komponenten genutzt. Während Komponenten wie die aktiven Vakuummessröhren (TTR91S, BPG400) eine geringe Leistungsaufnahme von wenigen Watt beanspruchen, kann die Stromaufnahme der beiden **Relais-Module** I und II recht hoch sein. Bei dem Relais-Modul II werden zwei Schaltelemente mit der anderen, primären Spannungsquelle versorgt, siehe Kapitel 5.

Das niedrigere Potential der drei genannten Niederspannungen (Minuspole) liegt auf einem gemeinsamen Massenpotential, sprich der elektrisch leitenden Rahmenkonstruktion der Anlage (Aluminium-Profil, etc.). Für Kontrollzwecke werden diese Niederspannungen mit Hilfe eines Spannungsteiler-Aufbaus (13) abgegriffen und über Analogeingänge der Messdatenerfassung registriert (NI PCI-6224, siehe Kapitel 5). Das Teilverhältnis beträgt etwa 1:3, so dass bei der Niederspannung von +24 V-DC ungefähr 8 V abgegriffen werden. Um Kontaktwiderstände und Zuleitungen möglichst zu kompensieren, ist ein Abgleich auf Seiten der LabVIEW-Applikation.

33 Abkürzung für „emergency power off“ (= dt. Notaus)

34 Standard: National Electrical Manufacturers Association

2. 230V-AC

Im Rahmen des Anlagenumbaus und der Systemerweiterung wurde diese separate, primäre Wechselspannung bereitgestellt. Im Falle eines Notaus durch Betätigen des EP0-Druckschalters (7) bleibt insbesondere der Industrie-PC weiterhin betriebsfähig. Auch wenn dadurch keine Ansteuerung von z.B. Ventilen möglich ist, so kann die Anlage im Notauszustand besser kontrolliert werden.

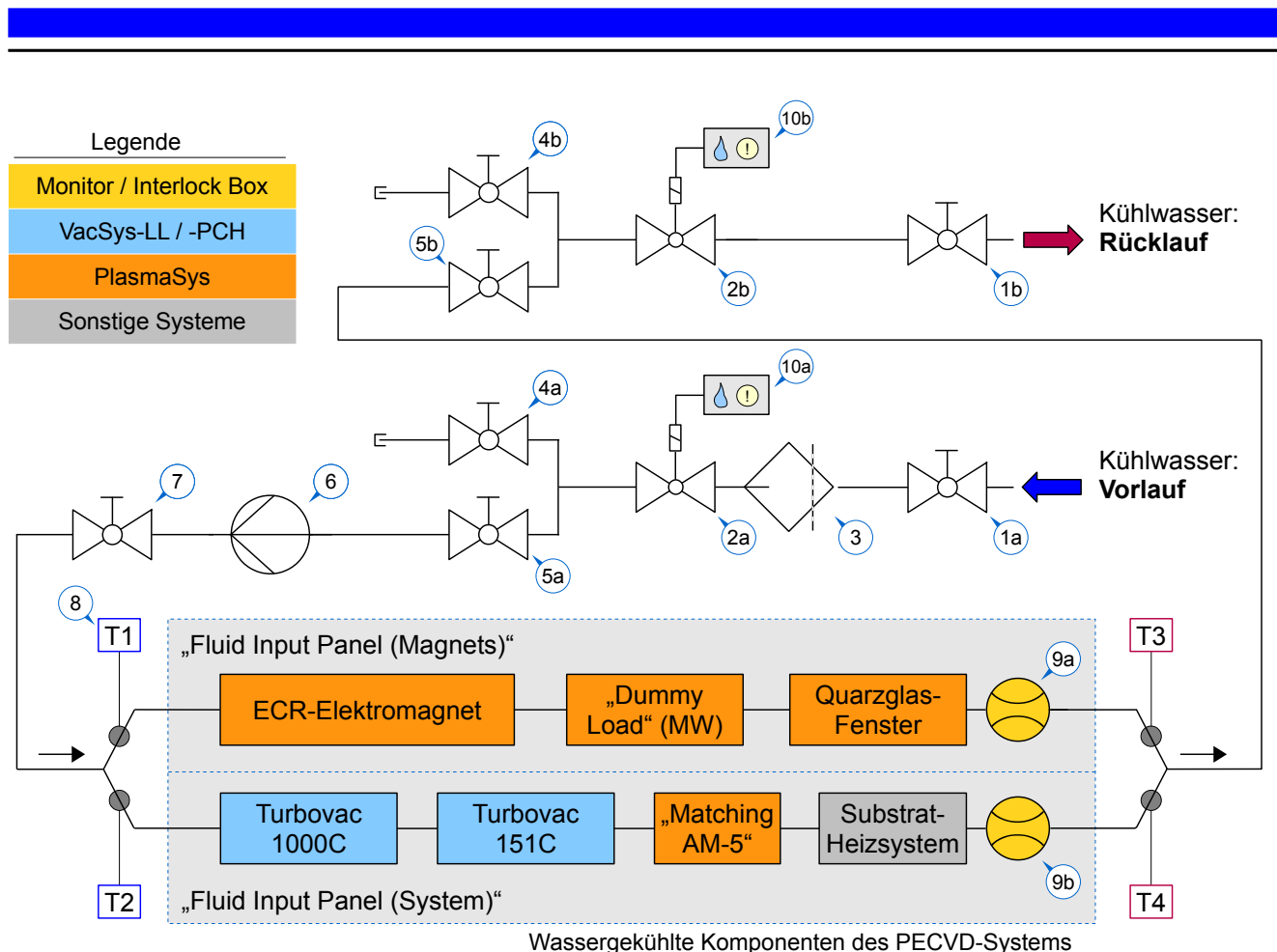
Die Wasserkreiselpumpe stellt ein ebenso geringes Gefährdungspotential dar bzw. der Kühlwasserkreislauf lässt sich mitunter durch das Absperrventil an der Pumpe schnell unterbrechen. Bei einer auftretenden Kühlwasserleckage bieten auch die Wasserleckmelder eine weitere Sicherheitsinstanz, vergleiche Abschnitt 4.13.2. Wenn der RF-Generator eingeschaltet sein sollte, so wird der RF-Ausgang automatisch deaktiviert, wenn die entsprechende Freigabe von dem PECVD-Interlocksysteem ausbleibt (wie im Falle des Notaus). Ähnlich verhält es sich mit dem Substrat-Heizsystem, der integrierte PID-Temperaturregler verfügt zudem über einstellbare Alarmgrenzen. Details zum Interlocksysteem werden später noch erwähnt.

Über die 230 V-AC Netzspannung werden auch zwei mechanische Relais betrieben, die sich auf dem **Relais-Modul II** befinden, um die nachträglich installierten Vakuumventile bzw. deren Solenoiden zu betreiben: V-LL-TMP-BTY und V-LL-FRL, vergleiche **VacSys-LL** und **ControlSys-DIO**.

4.13.2 Teilsystem für die Kühlwasserversorgung (CoolSys)

Die PECVD-Anlage umfasst etliche Instrumente und Betriebsgeräte, für die eine Abfuhr von Verlustwärme durch die Umgebungsluft ausreichend ist. Im einfachsten Fall genügt für diese Kühlung eine natürlich vorkommende Luftkonvektion, wie dies z.B. bei den „Turbotronic“-Betriebsgeräten für die beiden Turbopumpen der Fall ist. Eine aktive Luftkühlung mittels eingebautem Ventilator ist notwendig, wenn die abzuführende, thermische Verlustleistung besonders hoch ist. Dies kann z.B. beim Netzgerät EMS-27-185 auftreten, welches eine Leistungsaufnahme von bis zu 5 kW besitzt. Auch das Magnetron für die ECR-Plasmaquelle setzt rund ein Drittel der zugeführten, elektrischen Leistung in Wärme um. Bei einer Ausgangsleistung der Mikrowellenstrahlung von bis zu 1 kW (CW) entspricht dies einer Wärmeleistung von etwa 500 W, die an die Umgebungsluft abgegeben wird, [EqMan1]. Bei vollständigem Anlagenbetrieb kann sich somit die Umgebungsluft merklich erhöhen.

Für gewisse Geräte und Komponenten ist eine Wasserkühlung empfehlenswert oder sogar erforderlich, da entweder die Wärmeentwicklung besonders hoch ist und/oder eine Wärmeabfuhr aufgrund eines eingeschränkten Zugangs nur mit Medien hoher Wärmekapazität möglich ist; beides trifft insbesondere auf den ECR-Elektromagnet zu, der eine recht kompakte Bauform und hohe Leistungsaufnahme von einigen kW aufweist. Die spezifische Wärmekapazität von Wasser ist mit etwa 4,2 kJ/(kg K) rund viermal so hoch als jene von Luft (c_p etwa 1 kJ/(kg K) oder 1,2 kJ/(m³K)). Bezogen auf die Dichte bzw. das Volumen bei Standardbedingungen bedeutet dies, dass Wasser eine etwa 3500 größere Wärmespeicherzahl als Luft besitzt!



Hinweis: Wärmeabfuhr des Magnetron (SXRHA) erfolgt durch aktive Ventilation!

Abb. 4.28: Schematische Darstellung der Kühlwasserversorgung (**CoolSys**), Erläuterung im Text

In Abb. 4.28 wird schematisch gezeigt, welche Komponenten der PECVD-Anlage mit Kühlwasser versorgt werden und welche zusätzlichen Bestandteile dieses Teilsystem namens **CoolSys** einschließt (kühl, engl. cool). Das Kühlwasser wird vom Haussystem des Instituts (IKP) bereitgestellt und sollte folgenden Anforderungen entsprechen, siehe auch [UserMan]: Durchflussrate: 1 bis 1,5 GPM (ca. 3,8 bis 5,7 l/min), Druckdifferenz zwischen Vor- und Rücklauf: 30 bis 60 psig (ca. 2,1 bis 4,1 bar), Temperaturbereich: 20 bis 25 °C. Inwiefern die Anforderungen erfüllt werden, wird im Laufe dieses Abschnittes ersichtlich.

Vor der Inbetriebnahme erfolgte eine grundlegende Überprüfung der wasserführenden Leitungen innerhalb der PECVD-Anlage. Bis auf einen schwerwiegenden Defekt im Falle des ECR-Elektromagneten waren die übrigen Leitungen und Verbindungen intakt. Vorsorglich wurden die Kühlwasserleitungen samt angeschlossener Komponenten eigenhändig fachkundig entkalkt, durchgespült und mit einem erhöhtem Wasserdruck auf Dichtigkeit erfolgreich getestet.

Maßnahmen zur Bereitstellung des Kühlwassers:

Kurz nach Inbetriebnahme der PECVD-Anlage wurden umfangreiche Umbau- und Sanierungsarbeiten am Kühlwassersystem des Instituts durchgeführt. Dies hatte kurzfristig zur Folge, dass sich u.a. erhöhte Mengen von Lötückständen in Form von Partikeln im Kreislauf wiederfanden („schwarze Brühe“). Außerdem war die Druckdifferenz zwischen Vor- und Rücklaufleitung nach diesen Sanierungsarbeiten deutlich zu gering, um einen erforderlichen Durchfluss zu gewährleisten. Aus dem Grunde wurden nachträglich zwei Maßnahmen integriert (siehe Abb. 4.28):

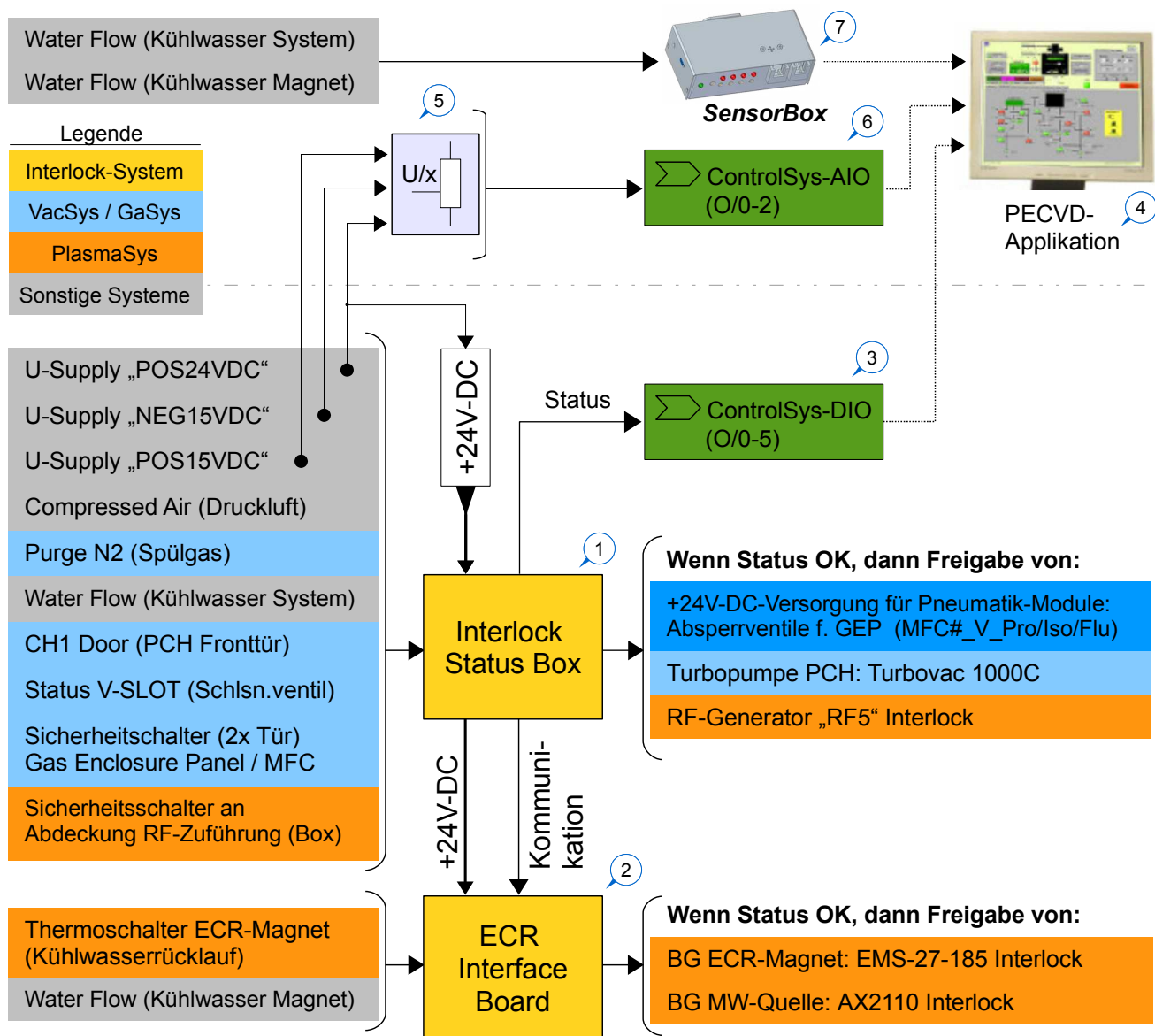
- ein Wasserklarfilter (3) zur Partikelabscheidung, der direkt nach dem Absperrventil (1a) des Vorlaufs installiert ist;
- eine elektrisch betriebene Kreiselwasserpumpe (6), um die Druckdifferenz ausreichend zu erhöhen und eine definierte Förderrichtung vorzugeben.

Beschreibung der Kühlwasserpfade:

Das Kugelhahn-Ventil (7) an der Kreiselwasserpumpe dient als zusätzliche Absperrsicherheit oder ggf. auch zum Drosseln der Durchflussrate. Das Kühlwasser wird in unmittelbarer Nähe zur PECVD-Anlage mittels Y-Stück auf die zwei Kühlwasserpfade aufgeteilt und gelangt zu den entsprechenden Anschlusspaneelen („Fluid Input Panel...“), die sich auf der Rückseite der linken Hauptkonsole befinden; vergleiche auch Kapitel 7.

Folgende Komponenten werden im jeweiligen Kühlwasserpfad nacheinander versorgt (in Klammern wird die verursachende Wärmeentwicklung erwähnt):

- **„Fluid Input Panel (Magnets)“**
 - ECR-Elektromagnet (Ohmsche Verluste bei Magnetstrom)
 - „Dummy Load“: Ersatzlast in MW-Isolator (absorbierte, reflektierte MW-Leistung)
 - Quarzglas-Fenster (insbesondere Aufheizung durch ECR-Plasma)
- **„Fluid Input Panel (System)“**
 - Turbovac 1000C (Antriebsmotor der Turbopumpe, ggf. Lagerbelastung)
 - Turbovac 151C (Antriebsmotor der Turbopumpe, ggf. Lagerbelastung)
 - RF- Impedanzanpassung „Matching AM-5“ (Ohmsche Verluste bei Induktivität/Spule)
 - Substrat-Heizsystem (Kühlung u.a. der RF-Zuleitungen gegenüber Heizelement)



Referenz / Hinweise: [ServMan], S.187; BG = Betriebsgerät, GEP = „Gas Enclosure Panel“

Abb. 4.29: Schematische Darstellung des Interlocksystems, Erläuterung im Text

Ein äußerst relevantes Teilsystem der ursprünglich aufgebauten PECVD-Anlage ist das sog. Interlocksystem (dt. Verriegelung, Sperrvorrichtung), das in Abb. 4.29 skizziert ist. Es dient der Überwachung von Betriebsmedien und der Kontrolle von Sicherheitseinrichtungen wie mechanischen Kontaktschaltern. Tritt ein kritisches Ereignis auf (z.B. Fehlfunktion), so kann es zu einer Alarmmeldung, ggf. einer Sperrung oder sogar Abschaltung der betreffenden Komponenten kommen. Details zu technischen Aspekten (Sicherheitsschalter, etc.) sind in der vereinfachten Skizze nicht berücksichtigt und können der Original-Dokumentation entnommen werden, siehe z.B. [ServMan], S. 187.

Wie in Abb. 4.29 zu erkennen, erstreckt sich das Interlocksystem auf nahezu alle Teilsysteme und besteht im Wesentlichen aus der „Interlock Status Box“ (1) und dem ergänzenden Modul (2) namens „ECR Interface Board“. Einerseits erfasst die Interlock Status Box die erforderliche Bereitstellung von Betriebsmedien: die Niederspannungen („U-Supply“: -15 V, +15 V und +24 V-DC), den Kühlwasserdurchfluss sowie den Mindesteingangsdruck von Spülgas und Druckluft. Andererseits wird über diese Box überprüft, ob z.B. Sicherheitsschalter an der Fronttür der Prozesskammer (Verschlussdeckel) oder an beiden Metalltüren des „Gas Enclosure Panels“ geschlossen sind. Insofern der Status für einen sicheren Anlagenbetrieb in Ordnung ist, erfolgt eine Freigabe der relevanten Komponenten; erst dadurch lässt sich z.B. eine Ausgangsleistung beim RF-Generator aktivieren. Insbesondere der Status der Betriebsmedien wird in Form von TTL-Signalen ausgegeben und lässt sich somit von der digitalen Datenerfassung (3) weiterverarbeiten und mit Hilfe der PECVD-Applikation (4) grafisch anzeigen. Die Interlock Status Box kommuniziert auch mit dem Modul (2), das sich im „ECR-Pod“ befindet und hauptsächlich die Freigabe der dort integrierten Betriebsgeräte bestimmt.

Erweiterung des bestehenden Interlocksystems:

An dem ursprünglichen Interlocksystem wurden keine nennenswerten Modifikationen vorgenommen. Allerdings wurde die Statuserfassung der Betriebsmedien teilweise ergänzt bzw. „verfeinert“. Die Niederspannungen werden durch die Interlock Status Box nur qualitativ überwacht bzw. ob eine Mindestspannung vorhanden ist – daher erfolgt auch die Statusausgabe nur logisch/binär. Eine Drift oder Schwankung kann auf diese Weise nicht oder zu spät entdeckt werden, was sich vor allem beim Betrieb der Massenflussregler oder analogen „Baratron“-Messröhren störend auswirken kann. Aus dem Grunde werden die aktuellen Niederspannungen über einen Spannungsteiler (5) quantitativ durch die analoge Messdatenerfassung (6) kontrolliert. Oberhalb der waagrecht gestrichelten Linie ist auch die Ergänzung für die Kühlwasserüberwachung zu sehen: Mit Hilfe von vier Sensoren wird die jeweilige Kühlwassertemperatur des Vor- und Rücklaufs bestimmt, über eine sog. SensorBox (8) ausgewertet und letztlich z.B. in der PECVD-Applikation angezeigt. Unter anderem können durch die quantitative Erfassung anfängliche Veränderungen der Niederspannungen und der Kühlwassertemperaturen eher registriert und bewertet werden!



5. Modernisierung und Erweiterung des PECVD-Systems (ControlSys)

Wie in Abschnitt 4.4 erwähnt, erschien eine grundlegende Modernisierung der Anlagensteuerung in jedem Fall angemessen oder sogar erforderlich: mitunter basierte die Benutzersoftware auf dem nicht mehr zeitgemäßen Betriebssystem Microsoft MS-DOS und die dazugehörigen Schnittstellenkarten wiesen irreparable Funktionsstörungen auf.

Infolge dessen erfolgte eine eigenständige Planung der elektrischen Ansteuerung und Überwachung, einschließlich Aufbau, Optimierung und Inbetriebnahme. In diesem Kapitel liegt der Fokus auf der Beschreibung der notwendigen Komponenten samt Peripherie: den eingesetzten Schnittstellenkarten, die im Industrie-PC eingebaut sind und zu den jeweiligen Anschlussblöcken führen. Ebenso wird eine detaillierte Gesamtübersicht der Ansteuerungspfade und der Messdatenerfassung skizziert. Im nächsten Kapitel wird dann auf die Benutzeroberfläche und Funktionalität der PECVD-Applikation eingegangen.

5.1 Vorbereitungen für das geplante „Retrofit“ (ControlSys)

Im Laufe der Planungsphase wurde definiert, welche Anforderungen die eben erwähnte Hardware erfüllen sollte – beispielsweise die benötigte Anzahl von analogen und digitalen Anschlüssen sowie die entsprechende Spezifikation zu elektrischen Spannungen und Strömen. Dafür war es notwendig, die Angaben in der Original-Dokumentation näher zu betrachten und mit dem realen Aufbau der PECVD-Anlage zu vergleichen. Recht schnell stellten sich dabei markante Unterschiede auf, wie z.B. „verwaiste“ Steckverbindungen, siehe (4) in Abb. 5.1. Es konnte nicht ermittelt werden, ob diese ungenutzten Verbindungen für eine nachträgliche Option vorgesehen/reserviert waren oder als „Überbleibsel“ einer einstigen Umbaumaßnahme. Im Falle eines Umbaus wurden jedoch entsprechende Änderungen offenbar nicht dokumentiert oder dazugehörige Unterlagen fehlten im Lieferumfang der PECVD-Anlage.

Aus dem Grund wurde jede elektrische Verbindung sorgfältig mit der bestehenden Dokumentation überprüft, um eine konkrete Zuordnung zu einer „Zielkomponenten“ zu erhalten (z.B. Vakuumventil oder Messröhre). Insgesamt war diese Überprüfung für rund 70 digitale und 30 analoge Leitungspfade relevant, wurde jedoch zur Absicherung auch für verwaiste Leitungen und Steckverbindungen durchgeführt. Besondere Abweichungen wurden nach Möglichkeit in der originalen Dokumentation vermerkt und flossen in die im Rahmen dieser Arbeit erstellte Dokumentation ein.

Bevor auf das neu installierte Steuerungssystem **ControlSys** eingegangen wird, soll an dieser Stelle der ursprüngliche Aufbau kurz geschildert werden. In Abb. 5.1 ist am unten Bildrand ein Teil des Gehäuses (1) zu erkennen, in dem sich die sog. Backplane mit den Schnittstellenkarten befand. An diese Einsteckkarten (ISA-Bus) waren etliche 37-polige D-Sub-Steckverbindungen (2) rückseitig angeschlossen, die über einen umfangreichen Kabelstrang (3) herangeführt wurden. Diese Kabelbündelung erschwerte die Überprüfung der einzelnen Leitungspfade inklusive der verwaisten Steckverbindungen (4) und erforderte eine aufwendige elektrische Widerstandsmessung. Ein Teil des Kabelstrangs führt auch zu der „Interlock Status Box“ (5), die auch im Zuge der Modernisierung erhalten blieb. Die Markierung (6) deutet auf eine Teilansicht des Aluminium-Profilrahmens der PECVD-Anlage.

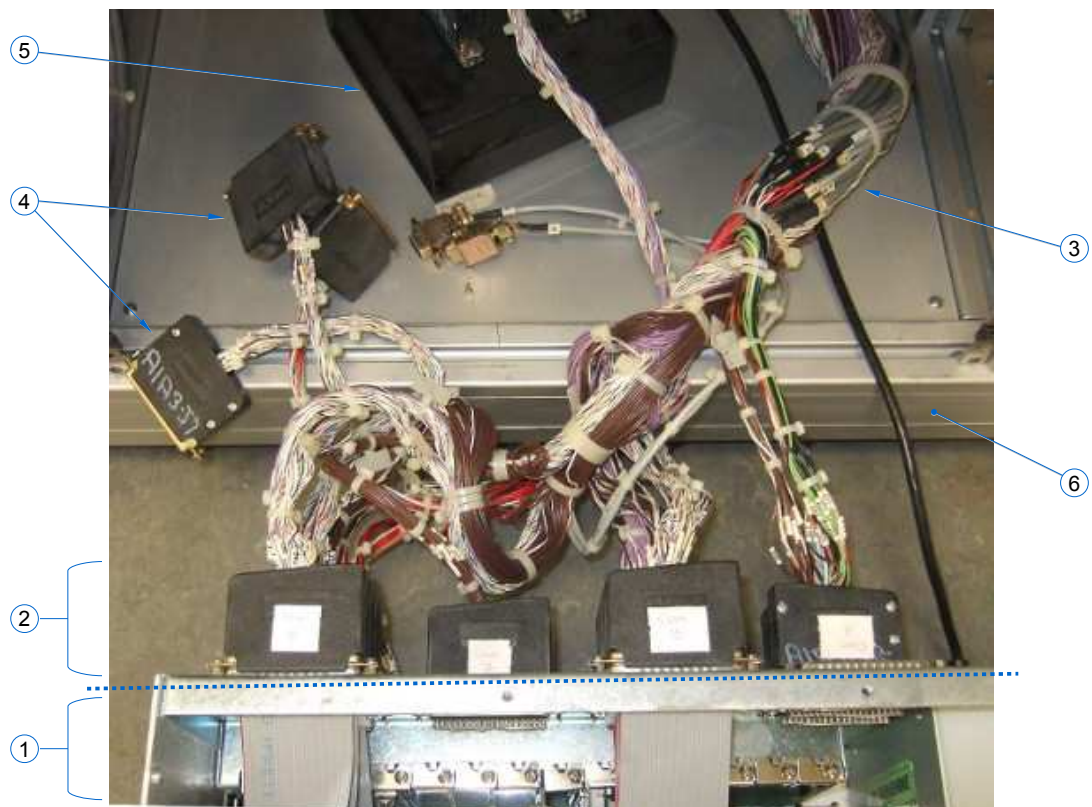


Abb. 5.1: Signalschnittstelle an ursprünglichem PC-System, Erläuterung im Text

Bei der Planung der Anlagenmodernisierung und Optimierung wurden nicht nur die bestehenden Komponenten berücksichtigt, sondern auch zukünftige Aspekte, wie beispielsweise die Erweiterung des Vakuumsystems für die Ladeschleuse bzw. eine ergänzende Ventilansteuerung (*VacSys-LL*, Abschnitt 4.7.1). Die vorhandenen Leitungen bzw. der Kabelstrang (3) in Abb. 5.1 sollte dabei erhalten bleiben. Einerseits ermöglicht dies prinzipiell einen eventuellen Rückbau zum ursprünglichen Systemaufbau, andererseits war keine Entfernung und äußerst aufwendige Neuverkabelung notwendig und die Original-Dokumentation kann weiterhin als Referenzhilfe dienen.

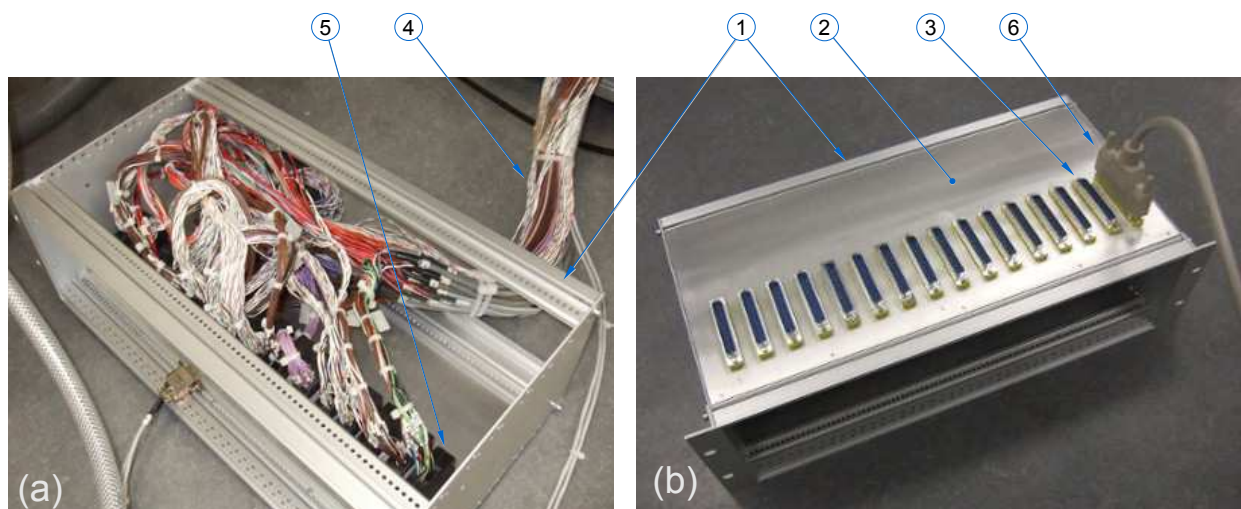


Abb. 5.2: (a) Innen- und (b) Außenansicht der Kupplungsbox, Erläuterung im Text

Für den neuen Systemaufbau wurden die bestehenden, relevanten D-Sub-Steckverbindungen (2) in Abb. 5.1 an eine „Kupplungsbox“ angeschlossen. Wie in Abb. 5.2a und 5.2b zu sehen, besteht diese Box aus einem teils offenen 19“-Rackgehäuse (1). Auf einer Gehäuseplatte (2) sind insgesamt 16 D-Sub-Kupplungsbuchsen wie z.B. bei (3) montiert, die beidseitig einen 37-poligen, männlichen Steckeranschluss besitzen (engl. gender changer). Die aus dem Kabelstrang (3) kommenden Steckverbindungen werden an die innen liegende Seite eines gender changers angeschlossen – hier anhand von (5) gezeigt. Auf der gegenüberliegenden Seite ist ein 37-poligen Signalkabel (6) mit Buchsenanschluss eingesteckt. Das Signalkabel (Länge ca. 1 m) fächert sich am anderen Ende in einzelne Adern auf, die z.B. zu einem Anschlussblock führen, siehe weiter unten. Jede Ader wurde mit einer metallischen Endhülse versehen (angecrimpt), um einen sicheren Kontakt zu gewährleisten.

5.2 Übersicht zum Steuerungssystem

Eine Übersicht des aufgebauten Steuerungs- und Überwachungssystems **Controlsys-OV** (engl. overview) liefert Abb. 5.3. Eine wesentliche Komponente stellt der Industrie-PC (1) dar, dessen Mainboard (Intel Desktop Board D865GBF/D865PERC) mit einem Prozessor Pentium 4 CPU 3.00 GHz sowie 1 GB RAM Arbeitsspeicher ausgestattet ist. Auch wenn diese Konfiguration nicht (mehr) sehr leistungsstark sein mag, ist sie für die geplanten Steuerungsaufgaben völlig ausreichend. Zudem leistet das ATX-Mainboard mit den sechs belegbaren PCI-Steckplätzen gute Dienste. Obwohl das Mainboard einen AGP-Steckplatz besitzt, wurde ein PCI-Steckplatz für eine Grafikkarte „Matrox Millennium G450 Dual Head“ verwendet. Von den zwei verfügbaren VGA-Anschlüssen wurde einer zur Darstellung der PECVD-Applikation auf einem 17“-Monitor (2) genutzt. Ein weiterer Steckplatz bei (3a) dient einer Schnittstellenkarte, die vier zusätzliche USB-Anschlüsse bereitstellt, z.B. für Eingabegeräte wie Tastatur und Maus. Diese Geräte sind aktuell an dem jeweiligen PS/2-Port angeschlossen und – wie der Monitor (2) – auf der Nebenkonsole (B) platziert, vergleiche auch Abb. 4.1 in Abschnitt 4.1. Der COM-Port bzw. die serielle RS-232-Schnittstelle wird bevorzugt für die Datenübertragung des SensorBox-Systems (4) verwendet.

Die vier Steckplätze (3a) werden für die Schnittstellenkarten bzw. Eingangs- und Ausgangsmodule der Fa. National Instruments benötigt, die zu den entsprechenden Anschlussblöcken führen:

- **NI PCI-6224** – ein Messdatenerfassungsmodul, das u.a. 32 analoge, hochohmige Eingangskanäle („single-ended“) mit einem Spannungsbereich bis ± 10 V bei einer Auflösung von 16 bit und Abtastrate von 250 kS/s besitzt [DEV-6224]. Diese PCI-Karte besitzt zwei 68-polige VHDCI-Anschlüsse mit jeweils 16 Analogeingängen. Jeder Anschluss führt über ein spezielles, geschirmtes Signalkabel (NI SHC68-68-EPM, Länge: 2 m) zu einem Anschlussblock SCB-68. Der erste Anschluss mit den Eingängen 0 bis 15 ist mit (5) in Abb. 5.3 markiert, darunter befindet sich der Anschlussblock für die Analogeingänge 16 bis 31.
- **NI PCI-6703** – ein Analogausgangsmodul mit 16 Kanälen, die jeweils eine Spannung bis $\pm 10,1$ V bei einem Ausgangsstrom von bis ± 10 mA liefern. Die Auflösung liegt bei 16 bit und die Aktualisierungsrate bei 25 kS/s [DEV-6703]. Zusätzlich sind acht digitale Kanäle verfügbar, die TTL-kompatibel sind und von denen drei für eine Gerätesteuerung verwendet werden, siehe weiter unten **ControlSys-AIO**. Diese PCI-Karte besitzt einen 68-poligen Steckeranschluss (D-Typ 0,050), der über ein spezielles, geschirmtes Signalkabel (NI SH68-68-D1, Länge: 1 m) mit dem Anschlussblock (6) SCB-68 verbunden ist. Über den Block werden sowohl die analogen Ausgangsspannungen als auch die TTL-Signale angeschlossen.

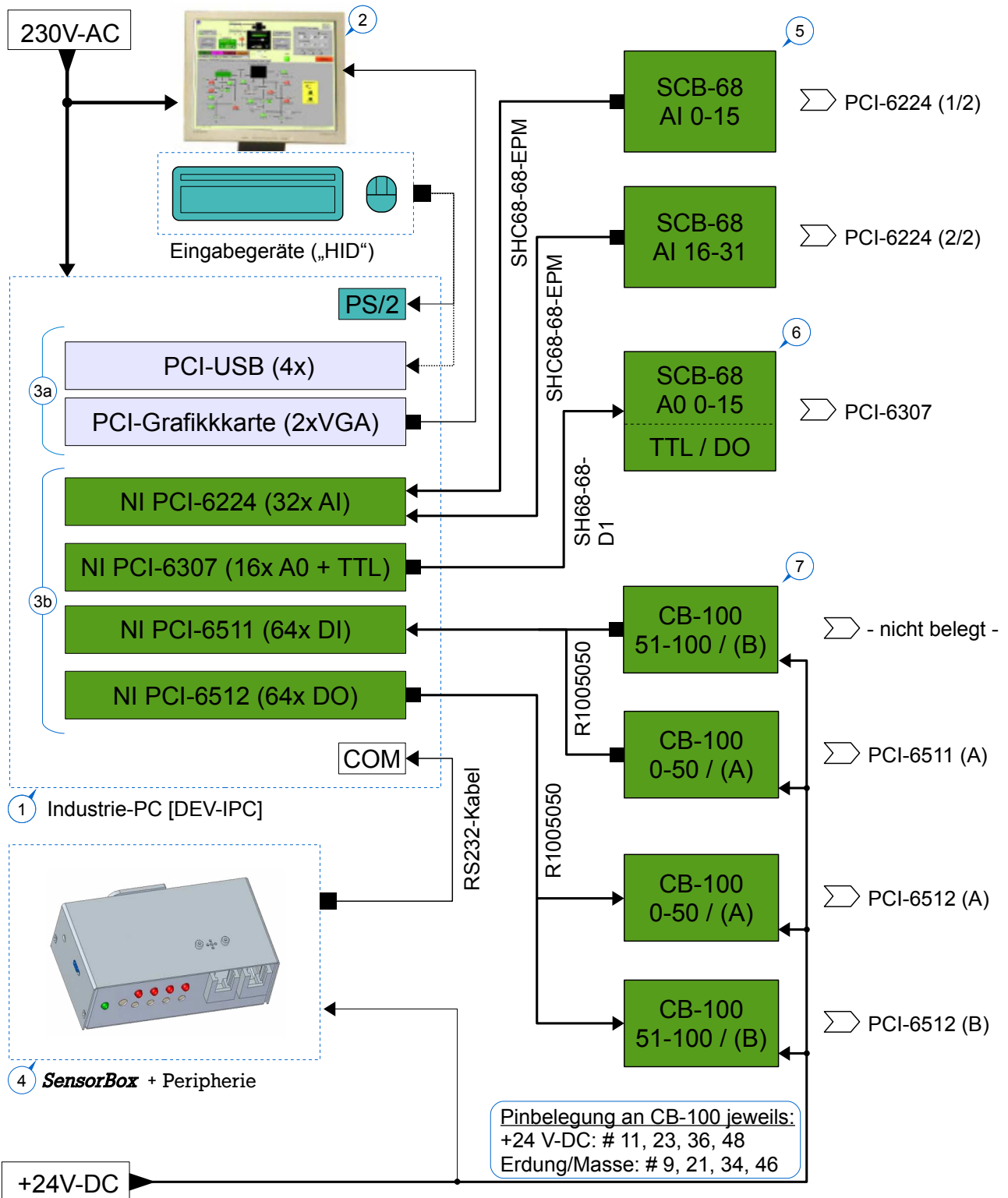


Abb. 5.3: Schematische Übersicht zum Steuerungssystem (ControlSys-OV) , Erläuterung im Text

- **NI PCI-6511** – ein Digitaleingangsmodul („DI“) mit 64 stromziehenden Kanälen (Senke/Quelle), die auf acht sog. Bänke mit jeweils acht Eingängen aufgeteilt sind. Die elektrische Isolation zwischen diesen Bänken sowie der maximale Spannungseingangsbereich jedes Kanals liegt bei ± 30 V-DC [DEV-6511]. Diese PCI-Karte besitzt einen 100-poligen „high-density“ SCSI-Anschluss, der mit einem Flachbandkabel des Typs NI R1005050 (Länge: 1 m) auf zwei 50-polige IDC-Steckverbindungen aufgeteilt wird, die jeweils zu einem Anschlussblock CB-100 führen, wie mit (7) gezeigt.
- **NI PCI-6512** – ein Digitalausgangsmodul („DO“) mit 64 stromliefernden Kanälen (Quelle), die auf acht Bänke mit jeweils acht Eingängen aufgeteilt sind. Die elektrische Isolation zwischen diesen Bänken sowie der maximale Spannungseingangsbereich jedes Kanals liegt bei ± 30 V-DC. Bei einer Betriebstemperatur von 35 °C ist eine Stromstärke bis 65 mA pro Kanal zulässig, pro Bank insgesamt 350 mA [DEV-6512]. Diese PCI-Karte besitzt den gleichen Typ von Kabel und Anschlussblock wie NI PCI-6511, siehe oben.

Der geschirmte Anschlussblock SCB-68 ist mit Schraubklemmkontakten ausgestattet, die in einem aufklappbaren Stahlgehäuse untergebracht sind. Der Anschlussblock CB-100 weist zwar ebenfalls Schraubklemmkontakte auf, ist jedoch offen aufgebaut und nicht geschirmt. Im Detail wird mit „CB-100“ ein Anschlussblock-Set bezeichnet, das aus zwei Blöcken des Typs CB-50 mit je 50 Kontakten besteht, die aber von 1 bis 100 durchnummeriert sind. Weiterführende Produktdetails zu den PCI-Karten und dem Zubehör sind auf der Website der Fa. National Instruments³⁵ zu finden.

In Kapitel 4 wurde anhand der Abb. 4.3 eine Übersichtsansicht der Hauptkonsole gezeigt. Eine genauere Ansicht zu dem rechten und mittleren Konsolensegment (A.2) bzw. (A.3) liefert die Abb. 5.4. Mit Hilfe von Trägerplatten sind die insgesamt sieben Anschlussblöcke oberhalb des Industrie-PCs auf Profilgestellen installiert, siehe Bildmitte (20) bis (26).

35 www.ni.com (Stand: Juni 2019)

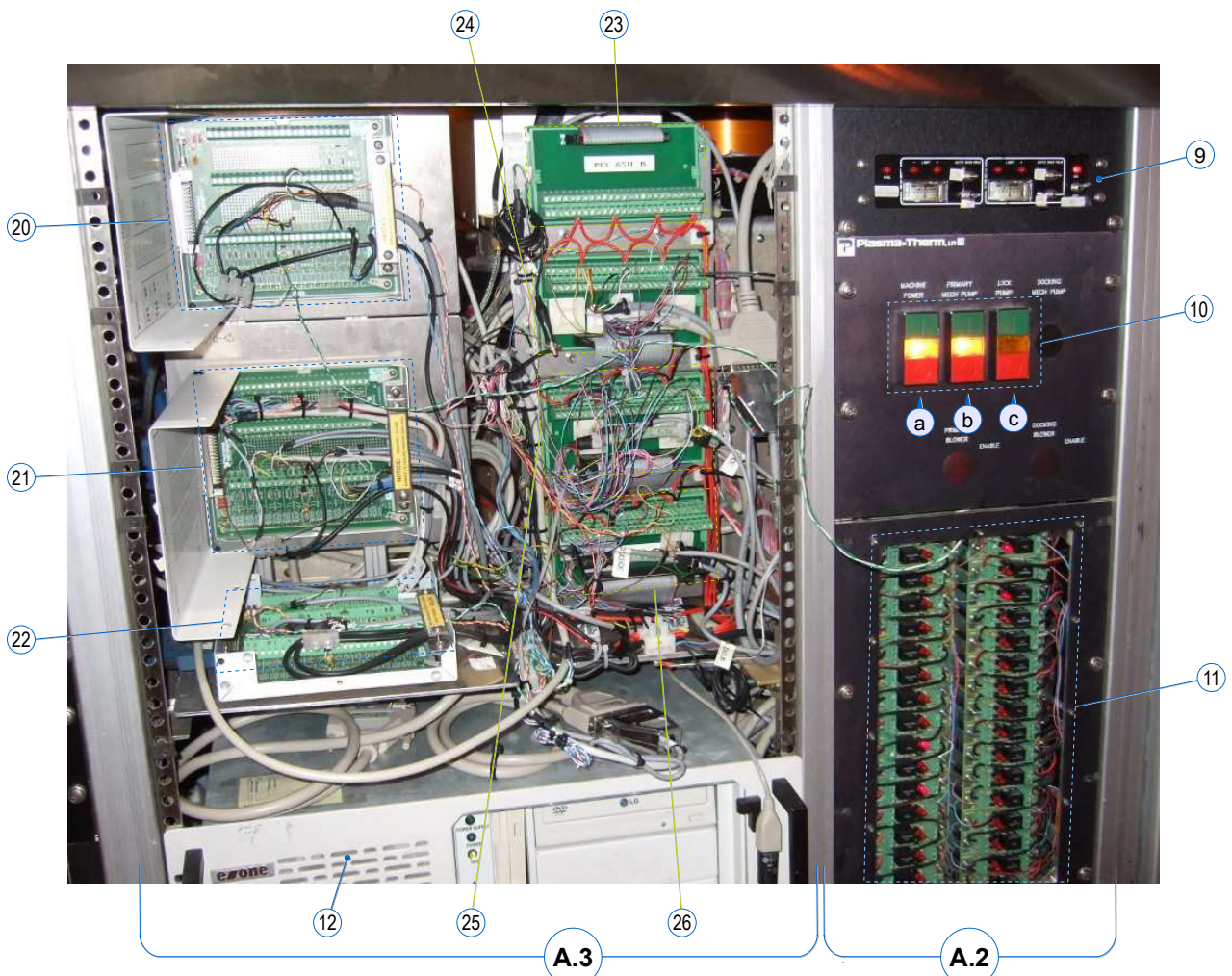


Abb. 5.4: Ansicht der Konsolensegmente (A.2) und (A.3) bzw. des Steuerungssystems

A.3 Hauptkonsole PECVD-Anlage, Einbau mittig

- ⑫ Industrie-PC für Steuerung [DEV-IPC] mit NI-Komponenten → Anschlussblöcke:
- ⑳ Analog-In: PCI-6224 (AI 16-31) → SCB-68
- ㉑ Analog-In: PCI-6224 (AI 0-15) → SCB-68
- ㉒ Analog-Out: PCI-6703 (AO 0-7) → SCB-68
- ㉓ Digital-In: PCI-6511 / „B“ → CB-100 block (51-100)
- ㉔ Digital-In: PCI-6511 / „A“ → CB-100 block (0-50)
- ㉕ Digital-Out: PCI-6512 / „A“ → CB-100 block (0-50)
- ㉖ Digital-Out: PCI-6512 / „B“ → CB-100 block (51-100)

A.2 Hauptkonsole PECVD-Anlage, Einbau rechts

- ⑨ Anpassungsnetzwerk AM-5 (RF-Matching)
- ⑩ Hauptschalter (mit Betriebsleuchte) für:
 - a Ein-/ Ausschalter PECVD-Anlage
 - b Ein-/ Ausschalter Trivac D65BCS (**PCH**)
 - c Ein-/ Ausschalter Trivac D16B (**LL**)
- ⑪ Einbau „Relais-Modul I“ (ohne rötliche Sichtscheibe)

➞ ControlSys-DIO und -AIO
vergleiche auch: Abb. 4.3

5.3 Beschreibung der Messdatenerfassung und Analogausgabe

Anhand von Abb. 5.5 wird das Teilsystem **ControlSys-AIO** beschrieben, mit dem einerseits die Messdatenerfassung von analogen Spannungssignalen umrissen wird, andererseits die Steuerung von Instrumenten und Geräten über analoge Spannungssignale. Die Ansteuerung des RF-Generators mittels TTL-Signalen wird aufgrund einer besseren Übersicht ebenfalls in diesem Abschnitt erwähnt, auch wenn dies eigentlich dem digitalen Teilsystem **ControlSys-DIO** zuzuordnen wäre.

Zur Erfassung von analogen Spannungssignalen wird das Modul **PCI-6224** eingesetzt, das einen Analog-Digital-Konverter mit Multiplexern beinhaltet. Die 32 Eingangskanäle werden daher nicht simultan, sondern in schneller Folge abgetastet, was bei der Programmierung zu beachten ist bzw. es kann zu einem Zeitpunkt nur ein „Task“ in der Applikation aufgerufen werden.

Mit dem ersten Anschlussblock (1) – entsprechend AI 0 bis 15 (AI = engl. analogue input) – werden über den Spannungsteileraufbau (2) die aktuellen Niederspannungen der Schaltnetzteile erfasst sowie die analogen Statuswerte (3) des RF-Generators (4). Des Weiteren werden die analogen Messwertsignale der acht Vakuummessinstrumente (5) registriert; Details zur entsprechenden Druckumrechnung werden in Abschnitt 4.7.2 erläutert. Für die genannten Komponenten beträgt der erfasste Spannungsbereich 0 bis 10 V, im Falle der negativen Niederspannung -10 bis 10 V.

Mit dem zweiten Anschlussblock (6) für das Modul **PCI-6224** – entsprechend AI 16 bis 31 – werden vor allem die Istwerte der acht Massenflussregler (7) im Spannungsbereich von 0 bis 6 V erfasst. Das Istwertsignal (Massenfluss) bewegt sich üblicherweise zwischen 0 bis 5 V, liegt aber in der Warmlaufphase der Massenflussregler etwas oberhalb von 5 V. Weiterhin wird die aktuelle Betriebsspannung am ECR-Magneten durch das Betriebsgerät (8) ausgelesen, der Istwert der Substrat-Temperatur durch den PID-Regler (9).

Für die Ausgabe von analogen Spannungssignalen wird das Modul **PCI-6703** verwendet, das über einen Digital-Analog-Konverter mit Multiplexern verfügt. Obwohl die Aktualisierungsrate mit 25 kS/s recht hoch liegt, wird eine Spannungsausgabe über die 16 Ausgangskanäle eher für statische Signale empfohlen.

Mit dem Anschlussblock (10) für das Modul **PCI-6703** – entsprechend AO 0 bis 15 (AO = engl. analogue output) – wird für die Massenflussregler (7) der jeweilige Sollwert über ein Spannungssignal vorgegeben, im Englischen auch „set point“ genannt. Auch für den RF-Generator (4) und PID-Regler (9) wird ein entsprechender Set Point eingestellt. Bei den genannten Geräten liegt die Steuerspannung im Bereich von 0 bis 5 V, bei dem Betriebsgerät (8) für den ECR-Magneten liegt sie zwischen 0 bis 2,5 V. Die jeweilige Skalierung wird im Kapitel 4 erwähnt.

Die verfügbaren TTL-kompatiblen Ports des Moduls **PCI-6703** werden teilweise genutzt, um den Betriebsmodus (3) des RF-Generators (4) zu steuern – beispielsweise eine RF-Leistung oder sog. „Bias-Spannung“, siehe Abschnitt 4.9. Das Teilsystem **ControlSys-DIO** (nächster Abschnitt) ist dafür nicht geeignet, da es auf Steuersignale mit einer Spannung von +24 V ausgelegt ist.

In Abb. 5.5 wird mit der Markierung (11) die Schnittstelle der Kupplungsbox gekennzeichnet. Ausgenommen davon sind jedoch die drei Messröhren mit der Endung „O/8“, „O/9“ und „O/10“, da diese nachträglich installiert wurden und eine separate Signalleitung besitzen. Die Kennung „O/“ steht dabei für die Abfolge (engl. order) der Eingänge wie sie im betreffenden „Task“ definiert sind. Dies gilt auch für die übrigen Kennungen, falls verwendet.

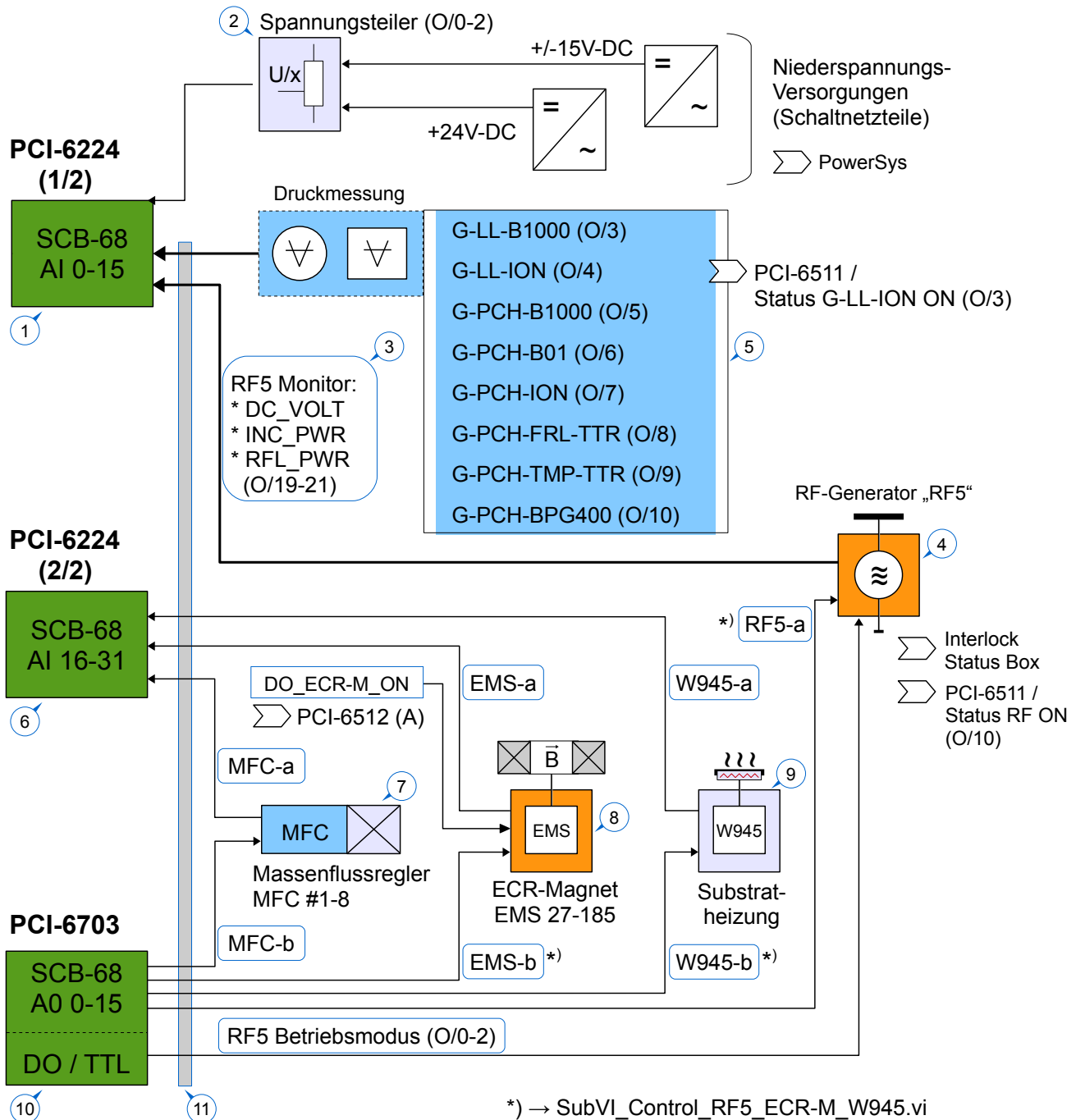


Abb. 5.5: Schematische Darstellung der Messdatenerfassung und Analogausgabe (ControlSys-AIO)

MFC-a	AI_MFC_#_FLOW (O/11-18), Istwert für Massenfluss bei MFC #1-8	W945-a	AI_W945_TEMP (O/23), Istwert / aktuelle (Substrat-)Temperatur
MFC-b	AO_MFC_#_Setpoint (O/0-7), Sollwert für Massenfluss bei MFC #1-8	W945-b	AO_W945_Setpoint (O/3), Sollwert für (Substrat-)Temperatur
EMS-a	AI_EMS_PS_VOLT (O/22), Istwert / aktuelle Betriebsspannung	RF5-a	AO_RF5_Setpoint (O/0), Sollwert für Einstellung „Bias / Power“
EMS-b	AO_EMS_Current_SP (O/1), Sollwert / aktuelle Stromstärke (ECR-Magnet)		

5.4 Beschreibung des DI-DO-Steuerungssystems (ControlSys-DIO)

In Abb. 5.6 werden in vereinfachter Form die „Signalpfade“ des Teilsystems **ControlSys-DIO** dargestellt, das zum einen die Überwachung bzw. Statuserfassung diverser Systemkomponenten umfasst, zum anderen die digitale Steuerung von Instrumenten und Geräten. Der konkrete Ansteuerungspfad hängt von der jeweiligen Zielkomponente ab (z.B. Absperr- oder Vakuumventil) und wird aus der schematischen Auflistung in Abb. 5.12 und 5.13 ersichtlich.

Die Erfassung eines digitalen Systemstatus erfolgt mit dem Modul **PCI-6511**, auf dem sich für jeden Eingangskanal ein separater Optokoppler (Fairchild FODM2705) mit Widerstand zur Strombegrenzung befindet. Bei Anliegen einer Gleichspannung von 0 bis ± 4 V gegen Massenpotential wird der Signalpegel als logisches „low“ (false) interpretiert, bei Gleichspannungen von 11 V bis 30 V (maximal) als logisches „high“ (true). Spannungswerte zwischen ± 4 V und 11 V sind nicht definiert bzw. ungültig!

Die Spannungspegel der Signalleitungen werden elektrisch über den Anschlussblock (1) erfasst. Hierfür wird eine Hilfsspannung von +24 V-DC extern eingespeist, da die betreffenden Komponenten nur schaltende Relais besitzen. Die ursprünglich bestehenden Leitungen (siehe Kabelstrang in Abb. 5.1) werden über die Kupplungsbox (2) geführt, während der nachträglich installierte Druckschalter (3) eine separate Signalleitung aufweist. Der jeweilige Spannungspegel bzw. Status der insgesamt 16 Signale wird letztlich auf der Benutzeroberfläche (4) der PECVD-Applikation angezeigt.

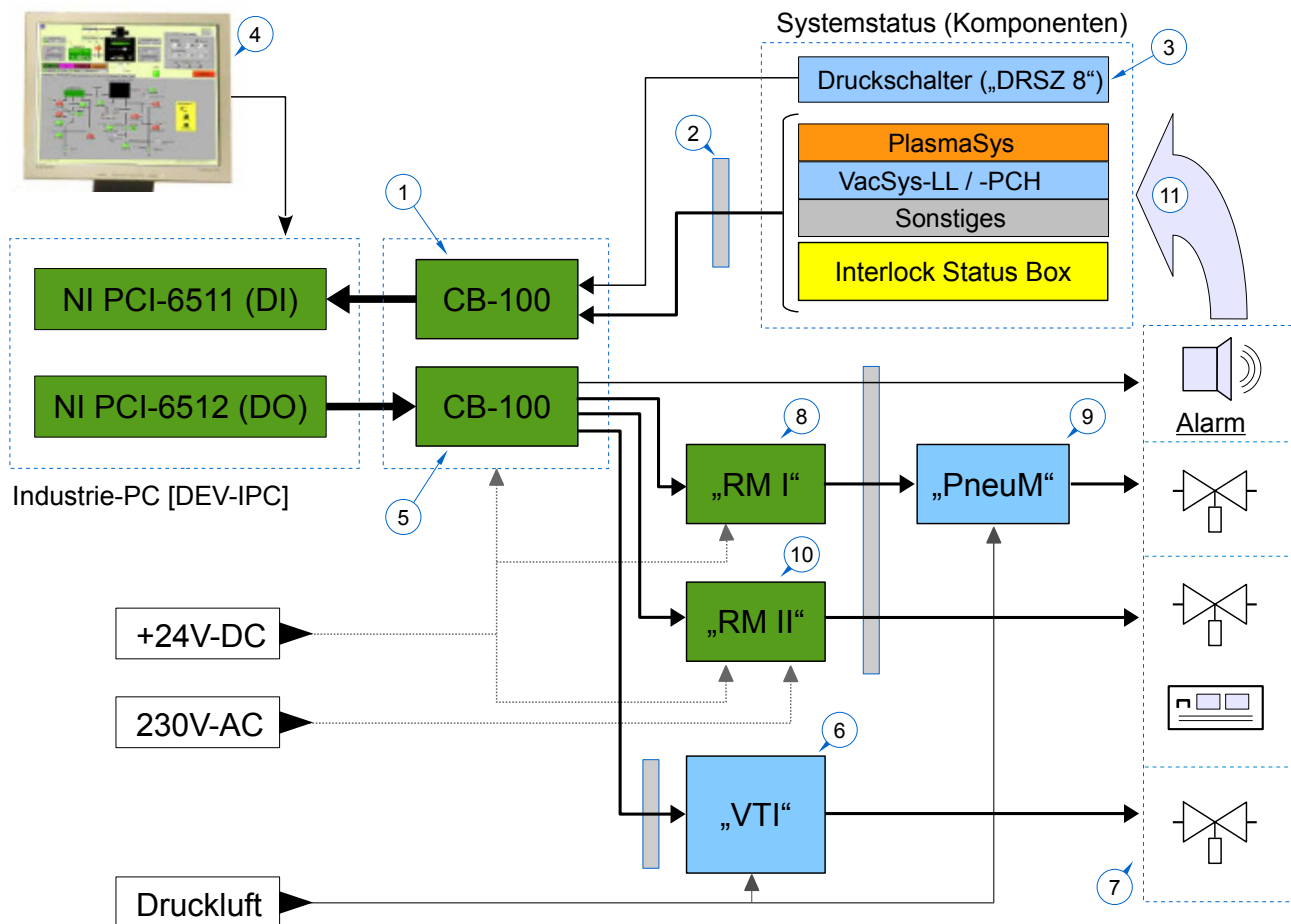


Abb. 5.6: Schematische Darstellung der digitalen Steuerung und Überwachung (ControlSys-DIO)

Während der Instandsetzungs- und Prüfungsphase der PECVD-Anlage wurde festgestellt, dass prinzipiell auch der Betriebszustand weiterer Komponenten überwacht werden könnte (Geräte oder Stellungsgeber von Ventilen). Dies war ebenfalls ein Grund ein Digitaleingangsmodul mit derart zahlreichen Eingangskanälen zu wählen.

Im unteren Teil der Abb. 5.6 ist eine Übersicht der gebündelten Ansteuerungspfade skizziert. Jeder einzelne Leitungspfad beginnt bei dem Digitalausgangsmodul **PCI-6512** und wird über die Benutzeroberfläche (4) der PECVD-Applikation angesprochen. Das Modul besitzt für jeden Ausgangskanal einen Optokoppler (Fairchild FODM124) mit einer Treiberstufe (Allegro A2982SLW-T), so dass z.B. bei einer Betriebstemperatur von 35 °C ein Stromfluss bis 65 mA zulässig ist. Dabei ist zu beachten, dass die erlaubte Stromstärke pro Bank (acht Kanäle) insgesamt nur 350 mA betragen darf und nicht rechnerisch 520 mA. Der Strom wird nicht durch das Modul selbst bereitgestellt, sondern erfolgt durch Speisung des jeweiligen Anschlussblocks (5) mit +24 V-DC.

Auf welche Weise eine Zielkomponente konkret angesteuert wird, hängt von ihrem Schaltmechanismus ab: bei Vakuumventilen erfolgt dies vorwiegend pneumatisch, während durch Schließen eines Relaiskontakts beispielsweise ein Betriebsgerät aktiviert wird. Wie dem Schema in Abb. 4.10 zu entnehmen ist, werden u.a. die Vakuumventile V-PCH-FRL und V-PCH-RGH pneumatisch betrieben, wofür ein Magnetventil mit +24 V-DC angesteuert wird. Während das Vakuum- bzw. Magnetventil geöffnet ist, fließt ein recht hoher Strom von etwa 220 mA, beim kurzfristigen Öffnungsvorgang bis zu 260 mA. Somit ist es nicht zu empfehlen, zwei solcher Vakuumventile mit einer gemeinsamen Modul-Bank zu verwenden. Eine ähnlich hohe Strombelastung ergibt sich bei der Nutzung der Ventilinsel (6), die über Magnetventile mit einem Betriebsstrom von etwa 200 mA bei +24 V-DC verfügt.

Um die 47 angeschlossenen Komponenten (7) der PECVD-Anlage unabhängig betreiben zu können, ist ein erster Ansatz, diese Strombelastung auf die acht verfügbaren Modul-Bänke zu verteilen. Allerdings wäre eine derartige Maßnahme bei den zahlreichen Komponenten nur bedingt möglich gewesen und würde eine flexible Einbindung von weiteren Komponenten deutlich einschränken. Als Kompromiss wurde eine solche Verteilung nur im Falle der Ventilinsel (6) durchgeführt, die direkt über einen Anschlussblock (5) bzw. das Modul betrieben wird und insgesamt fünf Vakuumventile pneumatisch schaltet. Für die übrigen Komponenten wurden – bis auf den direkt betriebenen „Alarm-Buzzer“ – zwei sogenannte Relais-Module entwickelt und aufgebaut:

Das **Relais-Modul I** (8) steuert mit einer Gleichspannung von +24 V hauptsächlich sog. Pneumatik-Module (9) an, mit denen u.a. die Absperrventile des „Gas Enclosure Panels“ betrieben werden.

Mit dem **Relais-Modul II** (10) wird vornehmlich der Funktionszustand eines Gerätes gesteuert. Durch Schließen eines Relaiskontakts wird z.B. das Betriebsgerät einer Turbopumpe aktiviert, so dass der Antriebsmotor ferngesteuert gestartet wird. Auch das Verfahren des Transferarms zum Schleusen von Substraten wird über zwei Relais bestimmt. Das Erreichen einer Endposition wird wiederum von dem Digitaleingangsmodul Modul PCI-6511 registriert – ein Beispiel für die Rückkopplung zwischen beiden Modulen, angedeutet mit dem Pfeil (11). Das **Relais-Modul II** besitzt zusätzliche Relais für Netzspannung, mit denen zwei Vakuumventile über Magnetspulen direkt elektrisch betrieben werden, siehe Abb. 5.12. Im nächsten Abschnitt werden konkrete Gründe für den Einsatz der Relais-Module angeführt sowie Details zu dem Pneumatik-Modul.

In Abb. 5.6 ist mit den hellgrau unterlegten Balken – wie im Fall (2) – auch markiert, in welcher Pfadposition sich die Kupplungsbox genau befindet.

5.5 Beschreibung der Relais-Module I und II

Von der Fa. National Instruments werden auch Digitalausgangsmodule angeboten, die bereits elektromechanische Relais auf der PCI-Einsteckkarte integriert haben. Damit lässt sich zwar ein Strom bis 2 A je Kanal schalten, allerdings umfasst eine solche PCI-Karte aufgrund der Baugröße typischerweise nur acht Schaltelemente. Als Alternative wurden daher zwei Relais-Module geplant und konstruiert, die nun näher betrachtet werden.

5.5.1 Relais-Modul I

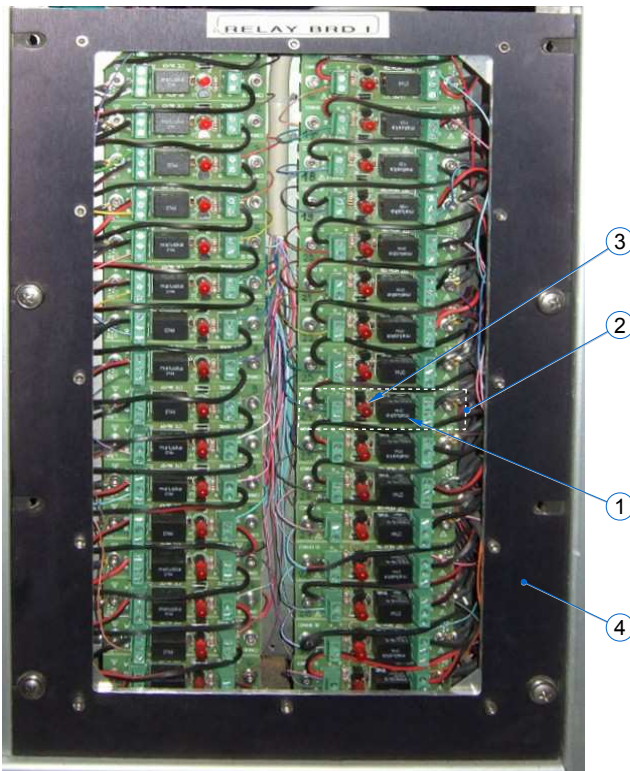
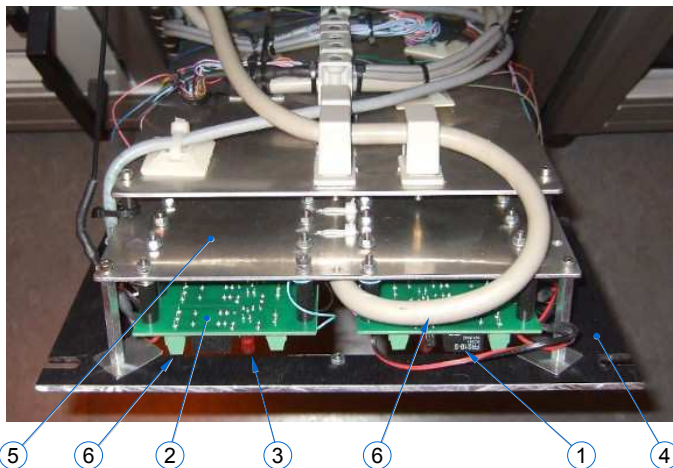


Abb. 5.7: Frontansicht von Relais-Modul I

In der nebenstehenden Abb. 5.7 ist eine Frontansicht des **Relais-Moduls I** ohne rötlich transparente Abdeckscheibe zu sehen. Es beinhaltet insgesamt 34 elektromechanische Relais (1) „RS1B-S“ (Fa. Maluska), jeweils mit einer Stromaufnahme von maximal 20 mA. Ein solches Schaltelement ist auf einer fertig aufgebauten Relais-Platine (2) „REL-PCB4 3“ (Fa. Conrad Components) gelötet, [DEV-Rel]. Bei aktivem Schaltzustand leuchtet die rote LED (3) auf und es kann über den Relaiskontakt ein Strom bis 1 A fließen. Der Einbaurahmen (4) stammt von einer ursprünglich vorhandenen Frontplatte, in die eine rechtwinklige Aussparung für die rötliche Abdeckscheibe gefräst wurde. Eine detaillierte Ansicht zu der Relais-Platine ist auch in Abb. 5.8 wiedergegeben.



In der Seitenansicht von Abb. 5.8 ist zu erkennen, welcher Aufbau sich hinter dem Einbaurahmen (4) verbirgt. Jede Relais-Platine (2) ist mit Hilfe von Distanzrollen auf einer Trägerplatte (5) aus Aluminium montiert. Eine weitere Metallplatte dient der Befestigung zahlreicher Leitungen, die zu dem Relais-Modul führen, wie z.B. das 37-polige Steuerkabel (6). In der seitlichen Ansicht sind zudem die grünen Schraubklemmkontakte (7) der Relais-Platinen gut erkennbar.

Abb. 5.8: Seitliche Ansicht von Relais-Modul I

5.5.2 Relais-Modul II

Als weitere Ergänzung für das Teilsystem *ControlSys-DIO* wurde ein *Relais-Modul II* konstruiert, das in den Abb. 5.9 und 5.10 aus zwei Perspektiven gezeigt wird. Es umfasst acht Relais-Platinen (1) wie sie bei dem anderen Modul eingesetzt werden („REL-PCB4 3“). Zusätzlich sind zwei Relais (7) montiert, die für das Schalten von Netzspannung bei Stromstärken bis 5 A ausgelegt sind, Typ: Siemens J9809, V23082-A1207-A401. Für diese Relais wurde eine Träger-Platine (7) entworfen und bestückt, die mit Schraubklemmkontakten für die Ansteuerung (8) und den Relais-Ausgang (9) versehen wurde.

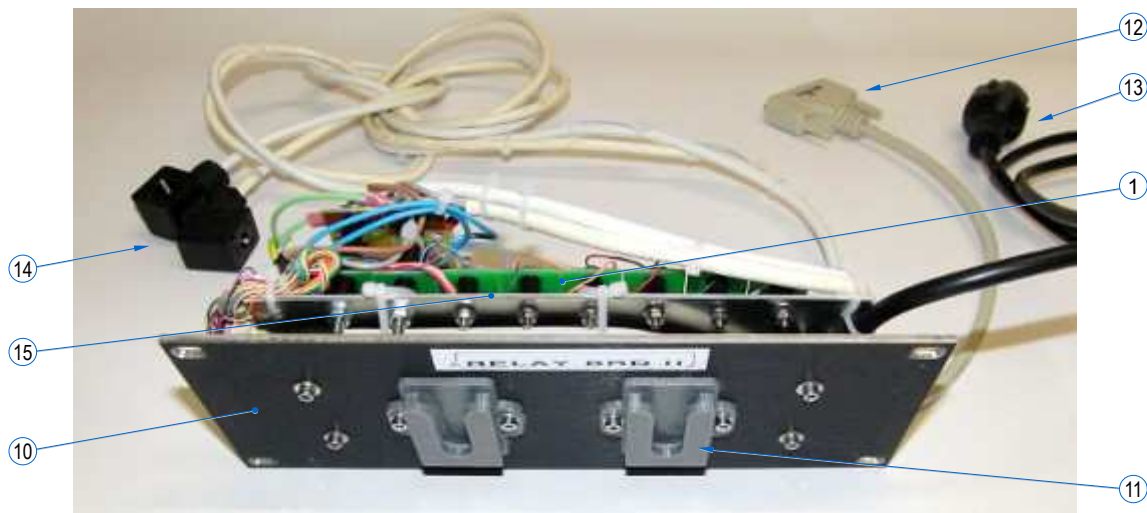


Abb. 5.9: Front- und Seitenansicht von Relais-Modul II

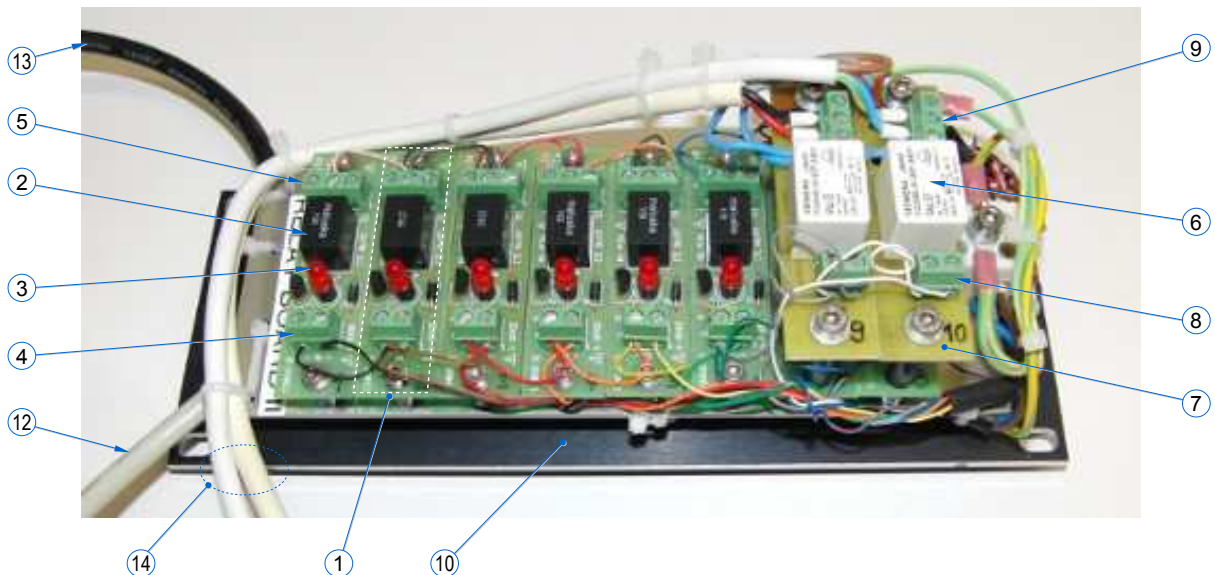


Abb. 5.10: Detailansicht des Aufbaus von Relais-Modul II

- | | | |
|-----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|
| ① Relais-Platine (REL-PCB4 3) | ⑥ Relais, Fa. Siemens (230 V-AC) | ⑪ Montagehalterung für LCD-Box |
| ② el.mechanisches Relais (RS1B-S) | ⑦ Träger-Platine für (6) | ⑫ Steuerleitung / D-Sub-Buchse |
| ③ LED für Schaltzustandsanzeige | ⑧ Schraubklemme: Ansteuerung | ⑬ Anschlussstecker: 230 V-AC |
| ④ Schraubklemme: Ansteuerung | ⑨ Schraubklemme: Relaisausgang | ⑭ Anschlussbuchsen: Vakuumventile |
| ⑤ Schraubklemme: Relaisausgang | ⑩ Konsolenblende | ⑮ Aluminium-Trägerplatte |

Die acht Relais-Platinen sind mit Distanzrollen auf einer kleinen Trägerplatte (15) montiert, die Platinen mit den zwei weißen Relais (6) befinden sich oberhalb davon. Diese Trägerplatte ist wiederum auf der Rückseite der Konsolenblende (10) befestigt, auf der Frontseite der Blende befinden sich dagegen die Montagehalterung (11) für die sog. LCD-Box (vgl. Abb. 4.4). In der Abb. 5.8 sind auch die Zuleitungen gut zu erkennen: (12) zeigt die Steuerleitung mit einem 37-poligen D-Sub-Stecker, (13) den Stecker bzw. das Kabel für die Speisung mit 230 V-AC sowie (14) die 3-poligen Anschlussbuchsen für die Vakuumventile V-LL-RGH und V-LL-TMP-BTY (vgl. Abb. 4.6).

Die vorteilhaften Aspekte der beiden Relais-Module sind:

- Trennung oder Übernahme der elektrischen Stromlast: je Relais-Ausgangskanal kann eine Stromstärke bis 1 A geschaltet werden (Spannungsbereich: 60 V-DC; 125 V-AC).
- Zusätzliche elektrische Absicherung zu dem Modul PCI-6512 (Überspannungen, etc.)
- Optionale Änderung der Spannungspolarität des Ausgangskanals
- Sichtbarer Schaltzustand mittels LED auf der Relais-Platine
- Flexibler Austausch der elektromechanischen Relais oder ggf. auch der Relais-Platine anstelle einer Reparatur des Moduls PCI-6512 oder einer PCI-Karte mit integrierten Relais.

5.6 Übersicht der digitalen Signalpfade

Eine tabellarische Übersicht der 16 eingehenden und 47 ausgehenden digitalen Signalpfade wird in den beiden folgenden Abbildungen dargestellt. Im oberen Bereich von Abb. 5.11 werden jene Komponenten aufgelistet, die von dem Eingangsmodul NI PCI-6511 erfasst werden bzw. im LabVIEW-Code sind folgende VI dafür zuständig: (1) „DAQ_DI_LL_PCH Control.vi“ und (2) „SubVI_SystemStatus.vi“.

In Abb. 5.12 sowie im unteren Bereich von Abb. 5.11 werden die Ansteuerungspfade für die jeweiligen Zielkomponenten gezeigt. Mit dem hellgrau unterlegten Balken zwischen den Pfadspalten wird die Schnittstellenposition der Kupplungsbox gekennzeichnet. Die Legende links unten hebt farblich hervor, zu welchem Teilsystem eine Komponente zugeordnet ist und in Kapitel 4 beschrieben wird.

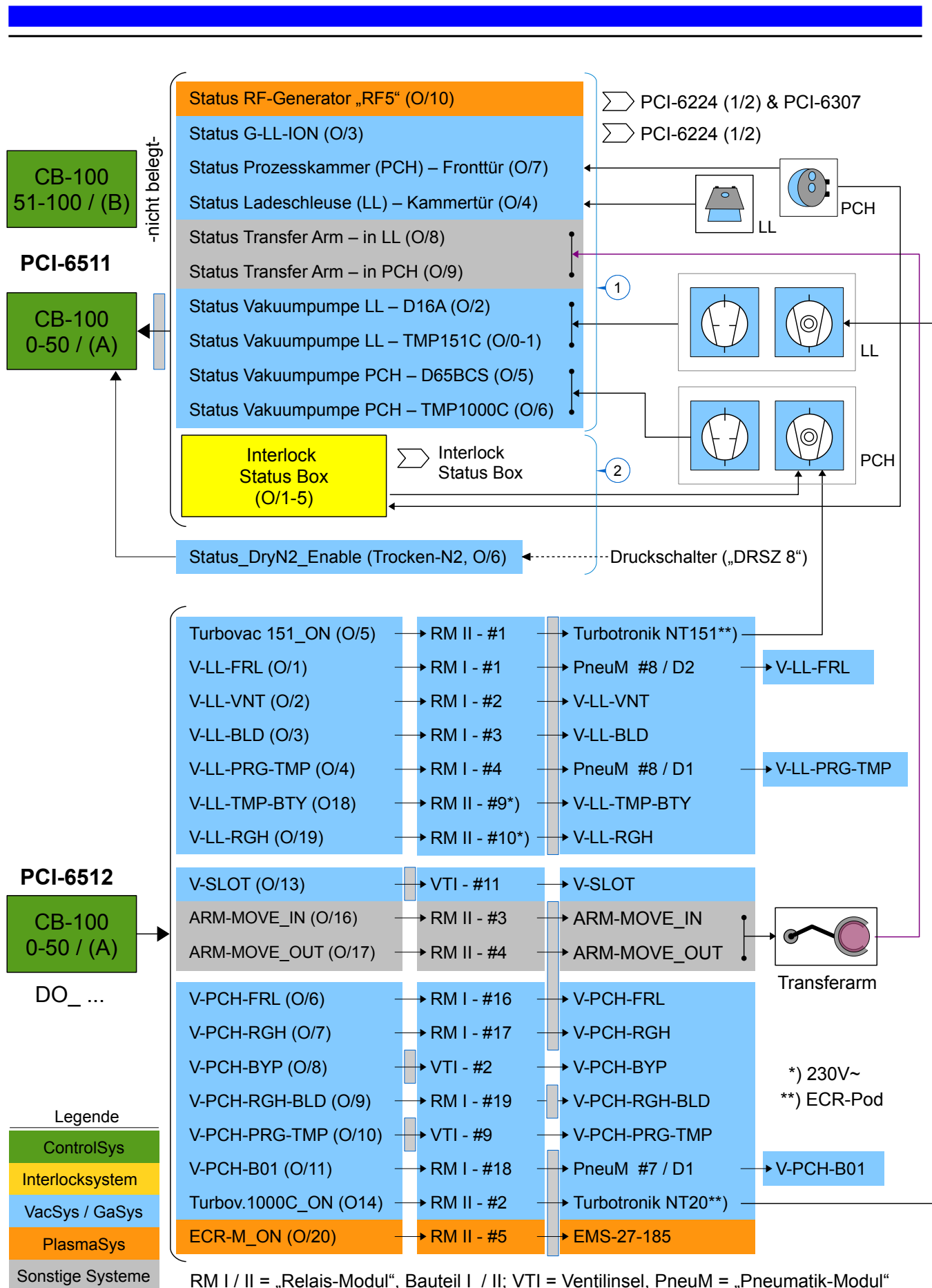
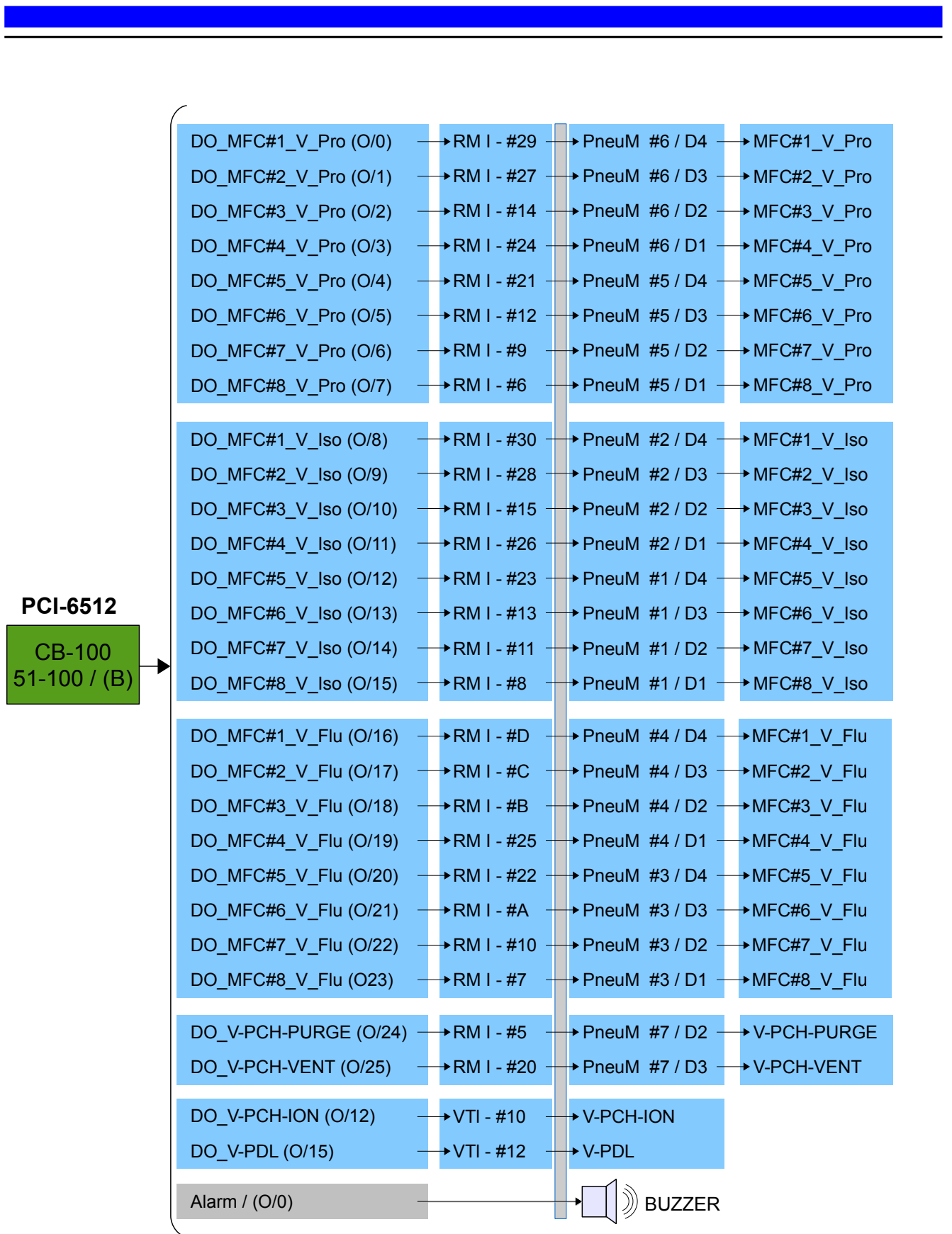


Abb. 5.11: Übersicht der digitalen Signalpfade (ControlSys-DIO), Teil 1 von 2



RM I / II = „Relais-Modul“, Bauteil I / II; VTI = Ventilinsel, PneuM = „Pneumatik-Modul“

Abb. 5.12: Übersicht der digitalen Signalpfade (ControlSys-DIO), Teil 2 von 2



6. PECVD-Applikation

Wie bereits in Abschnitt 4.4 erwähnt, fiel die Wahl auf die Programmierumgebung NI LabVIEW™ (Fa. National Instruments), um eine Applikation für die Steuerung und Überwachung der PECVD-Prozessanlage zu entwickeln. Zum einen wurden in diese PECVD-Applikation die benötigten Schnittstellenkarten samt Peripherie eingebunden, wie in Kapitel 5 geschildert. Zum anderen erfolgte die Erstellung einer grafischen Benutzeroberfläche (engl. **graphical user interface**, kurz: GUI), die in diesem Kapitel beschrieben wird. Aufgrund der umfangreichen Applikationsgestaltung kann dies im Rahmen der vorliegenden Arbeit nur für wesentliche Bedienbereiche erfolgen. Welche Schritte für den Betrieb des Vakuumsystems erforderlich oder empfehlenswert sind, wird in Abschnitt 6.4 tabellarisch dargestellt.

Die erste Applikationsversion wurde mit LabVIEW 2010 erstellt, später erfolgte ein Transfer zur LabVIEW-Version 2013. In diesem Zuge wurden die rund 50 VIs³⁶ in ein LabVIEW-Projekt integriert. Das Haupt-VI zum Starten der PECVD-Applikation lautet: „PECVD_LL_PCH_Main_Control_3v5.vi“. Dieses VI beinhaltet eine sog. Zustandsmaschine, so dass stets nur ein Programmteil ausgeführt wird, siehe Kapitel 7.

6.1 Übersicht der PECVD-Applikation (GUI)

In Abb. 6.1 ist die grafische Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation im gesamten Überblick dargestellt, die Größe des Frontpanels beträgt etwa 1280x1024 Pixel (typisch/minimal: 1200 breit x 950 hoch). Obgleich nur eine Teilansicht abgebildet wird, ist zu erkennen, dass sich die Benutzeroberfläche in zwei wesentliche Bereiche einteilen lässt:

1. einem unteren Applikationsbereich **PE-CVD System Control**, bei dem jeweils nur ein Teilbereich auf einer Registerkarte sichtbar ist. Die schrittweise Inbetriebnahme des Systems und Prozessführung ist intuitiv aufgebaut und erfolgt entlang dieser Registerkarten von links nach rechts. Die Registerkarte (17) in Abb. 6.1 wird beispielhaft gezeigt, wenn das System bereits „hochgefahren“ ist. Die Bedienung und Bedeutung der folgenden Registerkarten wird im Abschnitt 6.3 auszugsweise ausgeführt:

- *System Start-up*
- *Vacuum System*
- *Process Instrumentation*
- *MFC Control*

36 Abkürzung für „Virtuelles Instrument“: u.a. Bezeichnung für ein (Teil-)Programm in LabVIEW

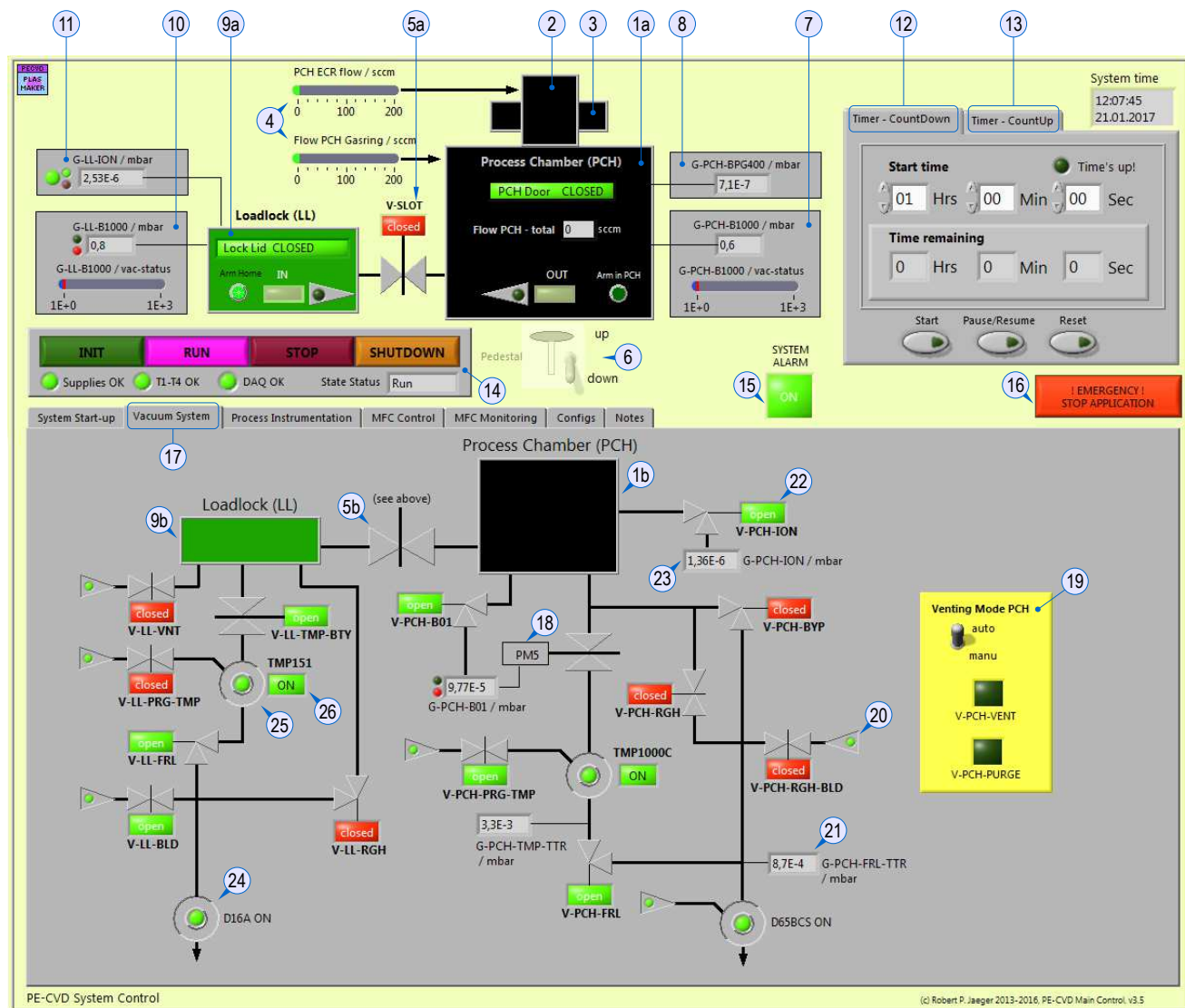


Abb. 6.1: Grafische Benutzeroberfläche der PECVD-Applikation (Teilsicht)

- | | |
|---|---|
| 1a) Prozesskammer (PCH): Anzeige, Bedienelement | 13) Prozesszeitmesser: „Timer - CountUp“ (verdeckt) |
| 1b) Prozesskammer (PCH): nur symbolisch | 14) Applikationssteuerung / Haupt-Bedienelemente |
| 2) ECR-Quelle / MW-Einkopplung | 15) System Alarm (z.B. Signalton): De/-aktivierung |
| 3) Elektromagnet für ECR-Quelle (2): Status | 16) Notabbruch der Applikation: Bedienelement |
| 4) Massenfluss PCH und Gasring: Anzeige | 17) Registerkarte (Beispiel): „Vacuum System“ |
| 5a) Schleusenventil (V-SLOT): Bedienelement | 18) Druckregleinheit VAT PM5 mit Schieberventil |
| 5b) Schleusenventil (V-SLOT): nur symbolisch | 19) Belüftung PCH: Bedienelement |
| 6) Substrat-Hebevorrichtung: Bedienelement | 20) Spülgaszufuhr: Status |
| 7) Druckmessröhre/-gerät MKS Baratron B1000 | 21) Druckmessröhre, aktiv: Leybold TTR91S |
| 8) Druckmessröhre, aktiv: INFICON BPG400 | 22) Eckventil für (26): Bedienelement |
| 9a) Schleusenkammer (LL): Status, Bedienelement | 23) Druckmessröhre/-gerät: MKS ION 290C |
| 9b) Schleusenkammer (LL): Status | 24) Drehschieberpumpe Leybold D16A: Status |
| 10) Druckmessröhre/-gerät: MKS Baratron B1000 | 25) Turbomolekularpumpe Leybold 151C: Status |
| 11) Druckmessröhre/-gerät: MKS ION 290C | 26) Turbopumpe Leybold 151C: Bedienelement |
| 12) Prozesszeitmesser: „Timer - CountDown“ | |

2. einem oberen Applikationsbereich, der permanent sicht- und bedienbar ist und aus folgenden Teilbereichen besteht:

- PECVD-Schleuse **Loadlock LL** (9a), linksseitig:

Rezipient zum Ein- und Ausschleusen von Materialien (z.B. Substraten) von Atmosphäre in die (evakuierte) Prozesskammer mit: Druckanzeige (10) für den Grobvakuumbereich und (11) für den Fein- und Hochvakuumbereich sowie Schleusenventil (5a) zwischen LL und PCH.

- PECVD-Prozesskammer **Process Chamber PCH** (1a), mittig:

Hauptrezipient für die Oberflächenbehandlung von beispielsweise Substraten mittels Niederdruckplasma (RF und/oder MW bzw. ECR) mit:

ECR-Plasmaquelle (2), ECR-Elektromagnet (3), Anzeigen für Gasmassenflüsse (4), Druckanzeige (7) für den Grobvakuumbereich und (8) für einen Druckbereich von 1000 bis $5 \cdot 10^{-10}$ mbar sowie einer Hebevorrichtung (6) für den Schleusevorgang von z.B. Substraten wie Siliziumwafern (in Abhängigkeit von der Ladeschleuse).

- Applikations-Steuerelemente (14), linksseitig/unten:

Haupt-Bedienelemente, um die PECVD-Anlage in einen bestimmten Betriebsmodus wie z.B. **RUN** zu setzen; der aktive Modus ist unter anderem am **State Status** erkennbar.

- Prozesszeitmesser **Timer**, rechtsseitig:

Softwarebasierte Bestimmung einer Prozessdauer: Abwärtszähler mit Alarmfunktion **Timer - CountDown** (12) und Aufwärtszähler (13) **Timer - CountUp** („Stoppuhr“).

- Separate Bedienelemente, rechtsseitig/unten:

Bedienelement (15) zur De- und Aktivierung eines System-Alarms sowie (16) für einen Notabbruch der Applikation.

In Abb. 6.1 ist gut zu erkennen, welche Eigenschaften die Elemente der Benutzeroberfläche aufweisen: Bedienelemente bzw. Schaltflächen sind üblicherweise rechteckig, wobei der Status durch eine Farbgebung wie grün/rot dargestellt wird (mit Statusanzeige). Numerische Anzeigen sind rechteckig eingeraht und nur grau unterlegt. Boolesche Statusanzeigen (Indikatoren) besitzen typischerweise eine runde Darstellungsform.

6.2 Oberer Applikationsbereich

Nachdem die PECVD-Applikation gestartet wurde (Datei: PECVD_LL_PCH_Main_Control_3v5.vi), werden automatisch definierte Standardwerte für den Programmablauf übernommen. Dabei wird z.B. die Historie von Verlaufsdiagrammen gelöscht. Danach wartet die Applikation, bis der Benutzer über die Applikations-Steuerelemente (1) eine weitere Aktion vorgibt, vergleiche Abb. 6.2. Diese Aktionen können sein:

- (2) **Init** : (Neu-)Start der Applikation mit definierten Standardwerten;
- (3) **Run** : Setzen der Applikation in einen aktiven Betriebsmodus;
- (4) **Stop** : Anhalten des aktiven Betriebsmodus („Leerlauf“);
- (5) **Shutdown** : kontrolliertes Beenden der Applikation.

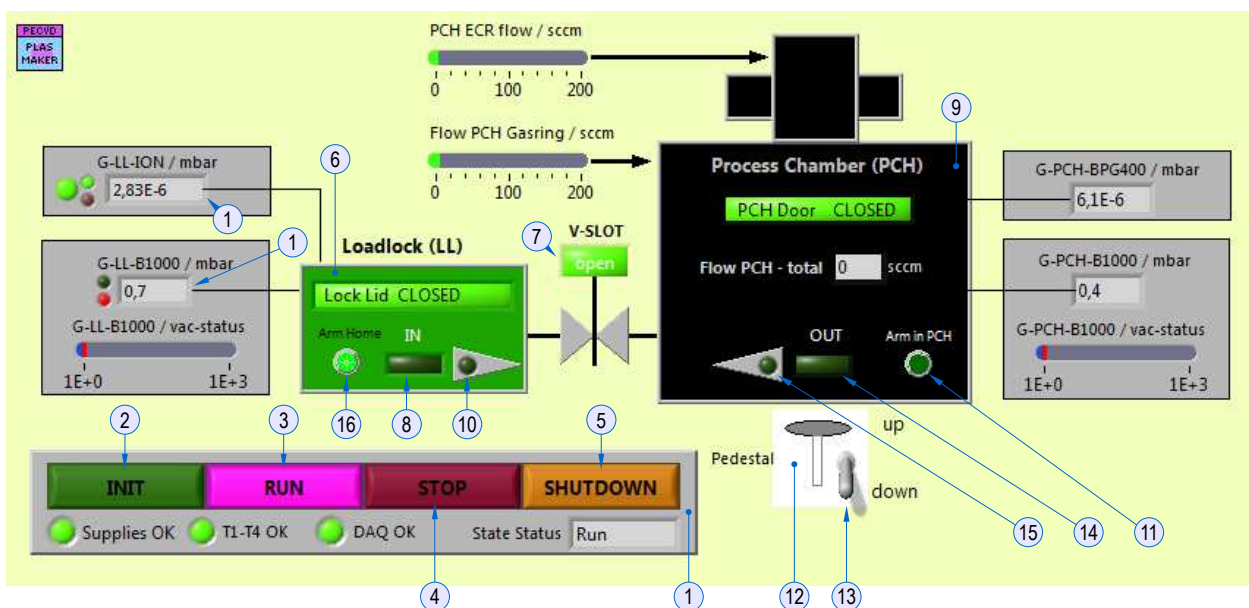


Abb. 6.2: Ansicht des oberen Applikationsbereichs

Ein- und Ausschleusen

In Abb. 6.2 sind auch die Bedienelemente zum Ein- und Ausschleusen von Substraten über die Ladeschleuse (6) „Loadlock (LL)“ zu sehen. Insofern die Ladeschleuse einen geeigneten Druck erreicht hat und das Schleusenventil (7) geöffnet ist, kann mit dem Bedienelement (8) der Transferarm in die Prozesskammer (9) „Process Chamber (PCH)“ gefahren werden, um ein Substrat ein- oder auszuschleusen. Der Indikator (10) blinkt dabei so lange auf, bis der Transferarm seine Endposition in der Prozesskammer erreicht hat – in dem Fall leuchtet der Indikator (11) permanent auf. Um ein Substrat (Wafer) vom eingeschleusten Transferarm z.B. entnehmen zu können, wird eine Hebevorrichtung (12) „Pedestal“ eingesetzt, die sich mit dem Bedienelement (13) steuern lässt. Durch Betätigen des Bedienelements (14) wird der Transferarm wieder herausbewegt, so dass während dieser Phase der Indikator (15) blinkt und (11) erlischt. Sobald der Transferarm seine Endposition in (6) erreicht hat, leuchtet der Indikator (16) auf. Der aktuelle Druck von LL und PCH lässt sich mit den seitlich liegenden Anzeigen ablesen. Insbesondere im ersten Fall ist zu beachten, dass sich der gültige Messbereich der Baratron-Messröhre (17) und Bayard-Alpert-Messröhre nicht überschneiden, vgl. Abschnitt 4.7.2.

6.3 Unterer Applikationsbereich

Nach der Inbetriebnahme der PECVD-Anlage und dem Start der Applikation wird, wie in Abb. 6.3 zu sehen, auf dem Registerkartenbereich (1) **System Start-up** → (2) **System Status** der aktuelle Status der Teilsysteme angezeigt. Eine eigenständige Kontrolle durch den Benutzer sollte hier in jedem Fall erfolgen, auch wenn keine Fehlermeldung von der Applikation ausgegeben wird!

Im Teilbereich (3) wird der jeweilige Status der Versorgungsmedien angezeigt, beispielsweise (4) ob ein ausreichender Kühlwasserfluss (4) gewährleistet ist. Eine genauere Kontrolle der Niederspannungen ist im Teilbereich (5) möglich, beispielsweise (6): die Versorgungsspannung -15 V-DC. Für Wartungszwecke der Vakuumpumpen wurde ein Betriebsstundenzähler integriert (7). Dieser ist softwarebasiert und aktualisiert seinen Stand z.B. jede Sekunde; das Intervall kann mit (8) eingestellt werden. Auf diese Weise lässt sich abschätzen, wann z.B. die Drehschieberpumpe (9) „Trivac D16A“ überholt werden sollte oder ein Lagerwechsel bei der Turbopumpe (10) „Turbovac 151C“ empfehlenswert ist.

Wie in Abb. 6.3 zu erkennen, sind im Registerkartenbereich (11) weitere Registerkarten vorhanden. Auf der Registerkarte **MFC I/O** werden nur Rohmesswerte der acht Massenflussregler angezeigt, unter **Temp Cooling Water** die Temperaturen der jeweiligen Kühlwasserpfade (vgl. Abb. 4.28). Diese Anzeigen dienen nur einer vereinfachten Übersichtskontrolle. Die Registerkarten **Error** und **Diagnostics etc** dienen entwicklungstechnischen Zwecken und haben für einen Benutzer in der Regel keine Relevanz.

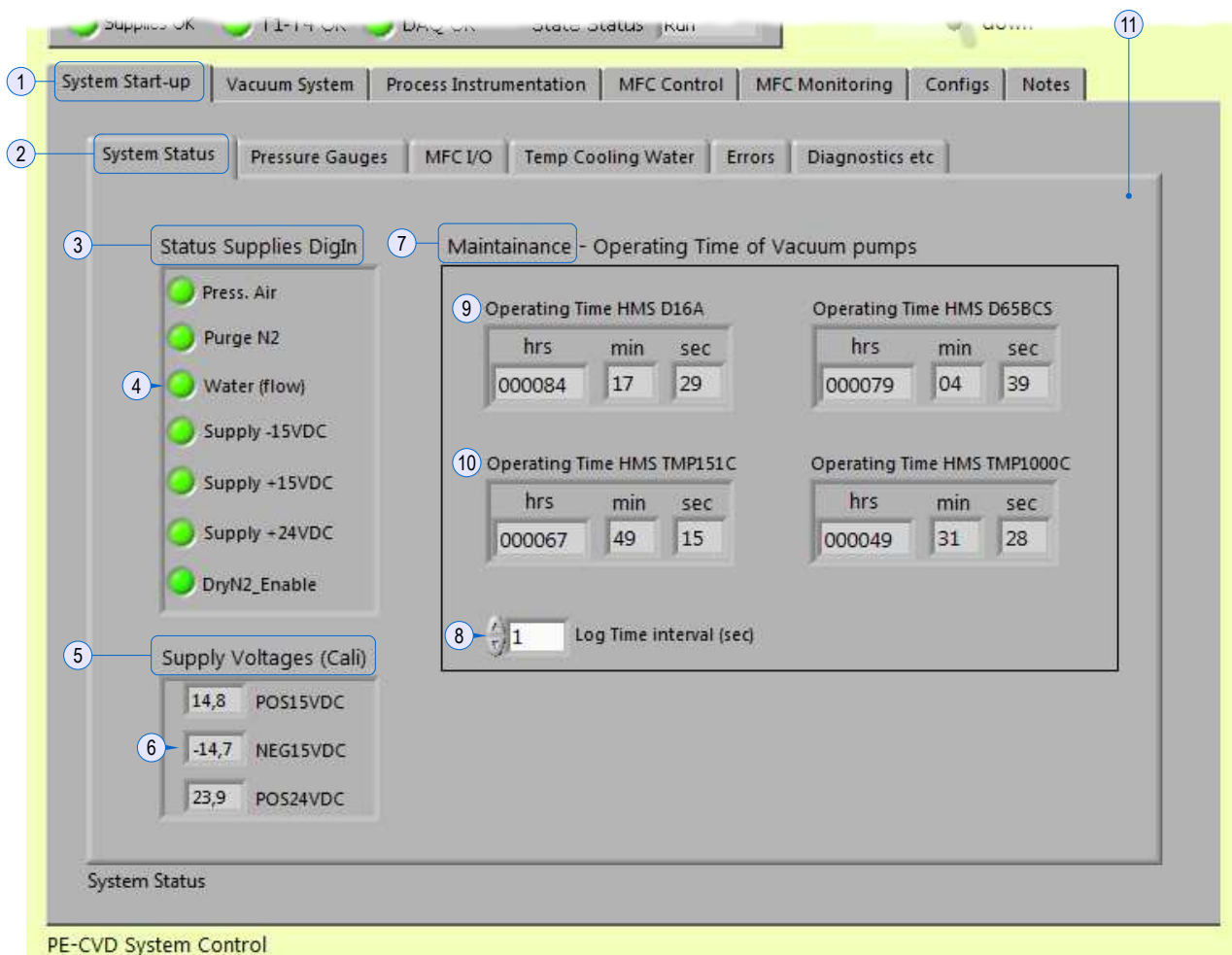


Abb. 6.3: Ansicht des Registerkartenbereichs „System Status“

Im Bereich **System Start-up** ist auch die Registerkarte **Pressure Gauges** eingebettet, siehe (1) in Abb. 6.4. Im Teilbereich (2) werden nicht nur die aktuellen Messwerte der Druckmessröhren numerisch angezeigt, zudem ist es möglich, diese Messdaten optional in eine Datei zu schreiben („mitzuloggen“). Die Auswahl der gewünschten Druckmesswerte erfolgt im Teilbereich (3). Beispielsweise wurde mit (4) die Druckmessröhre (5) „G-PCH-BPG400“ ausgewählt. Nach Betätigung des Bedienelements (6) öffnet sich ein Dialogfenster, um den Speicherort und ggf. einen Dateinamen zu erfragen. Mit (7) wird das Speicherintervall angegeben (auch nur Laufzeit änderbar). Zur Kontrolle des Speichervorgangs dient der Indikator (8). Insbesondere die Druckmesswerte für die Ladeschleuse werden auch im oberen Applikationsbereich wiedergegeben.

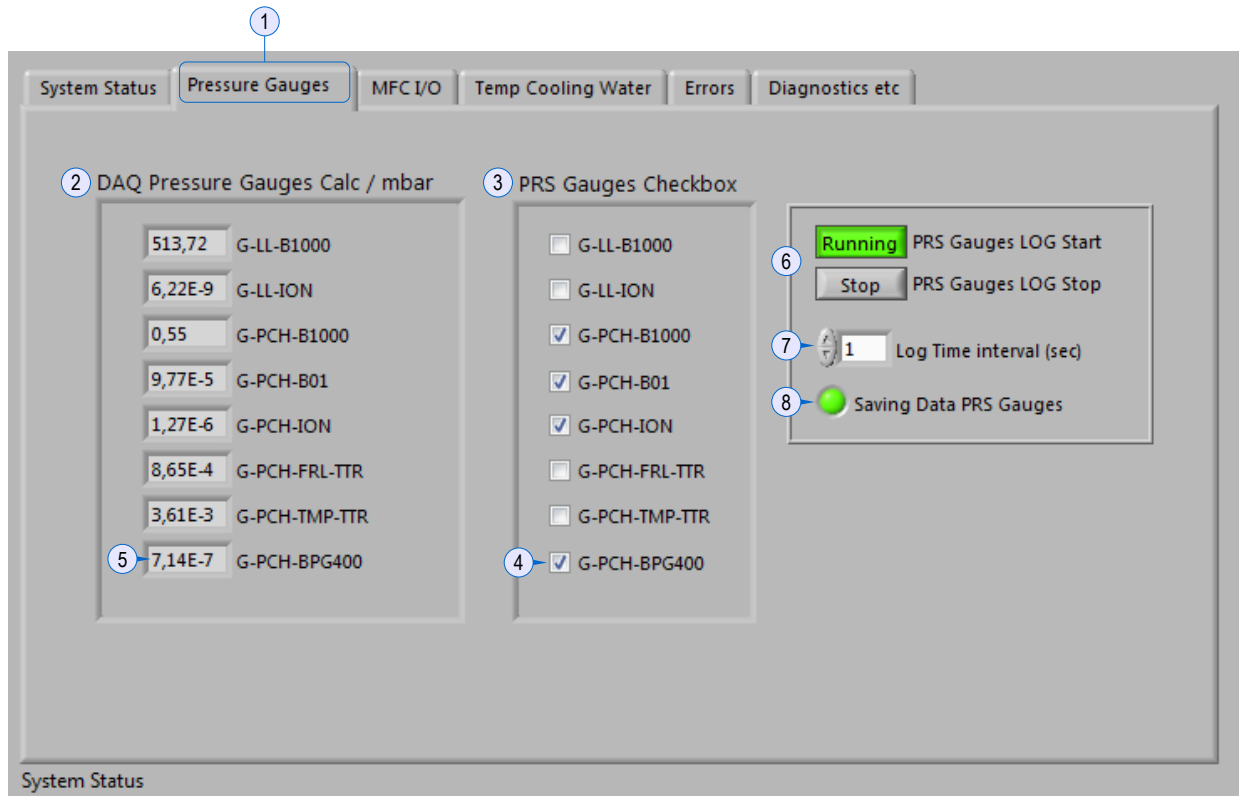


Abb. 6.4: Ansicht der Druckmesswerte mit optionaler Messwertspeicherung

Vacuum System

Wie anhand von Abb. 6.1 zu erkennen, beinhaltet dieser Registerkartenbereich „Vacuum System“ eine schematische Übersicht beider Vakuumsysteme **VacSys-LL** & **VacSys-PCH** und stellt eine vereinfachte Darstellung von Abb. 4.7 und 4.10 dar. Dieser Bereich beinhaltet überwiegend die Ansteuerung diverser Vakuumventile. Nach Betätigung eines Bedienelements öffnet oder schließt sich ein Ventil, wobei der aktuelle Status in Textform sowie farblich unterlegt angezeigt wird: „open“ = grün bzw. „closed“ = rot.

Des Weiteren werden die beiden Turbomolekularpumpen über das entsprechende Bedienelement aktiviert. Auch in dem Fall wird der Status in Textform und farblich unterlegt gekennzeichnet: „ON“ = grün bzw. „OFF“ = rot. Zusätzlich wird mit einem Indikator in der Symbolmitte der jeweiligen Turbomolekularpumpe angezeigt, ob sie tatsächlich hoch gelaufen ist und die Enddrehzahl erreicht hat, vergleiche beispielsweise (25) in Abb. 6.1.

Die Belüftung mit Trockenstickstoff erfolgt über die gelb unterlegte Bedienfläche (19). Dabei kann zwischen dem automatischen und manuellen Modus gewählt werden (animierter Kippschalter). Im ersten Fall wird das entsprechende Belüftungsventil durch die PECVD-Applikation überwacht und automatisch geschlossen, sobald der Druck in der Prozesskammer nahe Atmosphärendruck ist. Im zweiten Fall wird die Überwachung ignoriert und es kann beliebig lange belüftet werden.

In diesem Registerkartenbereich sind insgesamt vier numerische Anzeigen eingebettet, die mit den entsprechenden Vakuummetern verknüpft sind. Beispielsweise dienen zwei der Vakuummeter für den Vorvakuumbereich bzw. zur Kontrolle der allgemeinen Vorvakuumleitung (G-PCH-FRL-TTR) sowie des Vordrucks für die Turbopumpe Turbovac 1000C (G-PCH-TMP-TTR).

Der aktuelle Status des Drucks in der Prozesskammer (PCH) bzw. in der Ladeschleuse (LL) wird mit den Feldern (1b) bzw. (9b) farblich angezeigt. Im Falle der Ladeschleuse bedeutet die Farbe grün (9b), dass ein Enddruck erreicht ist, um z.B. einen Schleusenvorgang zu starten. Um diesen Druckstatus auch ohne geöffneten Registerkartenbereich wahrnehmen zu können, ist er auch stets im oberen Applikationsbereich sichtbar, vergleiche (1a) bzw. (9a).

Eine Übersicht zur Bedienung der Ventile erfolgt in Abschnitt 6.4.

Process Instrumentation

In Abb. 6.5 ist eine Ansicht des Registerkartenbereichs (1) „Process Instrumentation“ dargestellt, in dem die wesentlichen Einstellungen für die Durchführung eines Plasmaprozesses erfolgen. In dem gezeigten Beispiel wird unter der Registerkarte (2) der RF-Generator bedient, um ein Plasma im MHz-Bereich anzuregen bzw. beispielsweise einen Ionenätzprozess durchzuführen. Über den Schiebeschalter (3) kann zunächst ausgewählt werden, welcher Vorgabe der RF-Generator folgen soll: das Einkoppeln einer RF-Leistung (4) oder das Erreichen und Regeln einer Bias-Spannung (5). Mit dem Bedienelement (6) wird der RF-Generator aktiviert. Über den Indikator (7) und auch (8) ist zu erkennen, ob ein Niederdruckplasma gezündet werden konnte und der Generator tatsächlich aktiv ist. Dieser Status wird zusätzlich durch ein violett unterlegtes Feld (9) in der Prozesskammer-Darstellung wiedergegeben. Die aktuelle RF-Leistung sowie Bias-Spannung werden auf dem jeweiligen Verlaufsdigramm (10) bzw. (11) grafisch angezeigt. Insbesondere der zeitliche Verlauf der Bias-Spannung kann für einen Plasmaprozess von Interesse sein (Schichtwachstum). Optional ist es daher möglich, diesen Verlauf abzuspeichern („mitzuloggen“). Nach Betätigung des Bedienelements (11) öffnet sich ein Dialogfenster, um den Speicherort und ggf. einen Dateinamen zu erfragen. Mit dem Indikator (12) lässt sich dieser Speichervorgang kontrollieren. Um diesen Vorgang zu beenden, wird das Bedienelement (11) erneut betätigt. Analog ist diese Speicherung auch für die RF-Leistung möglich.

Während der Prozessdurchführung kann auch der zeitliche Druckverlauf in der Prozesskammer beobachtet werden. Im Beispiel wird der Graf (13) für die Baratron-Messröhre „G-PCH-B01“ gezeigt. Diese Messröhre dient der Erfassung des Prozessdrucks, mit dem der adaptive Druckcontroller VAT PM-5 arbeitet (vgl. Abschnitt 4.7.1).

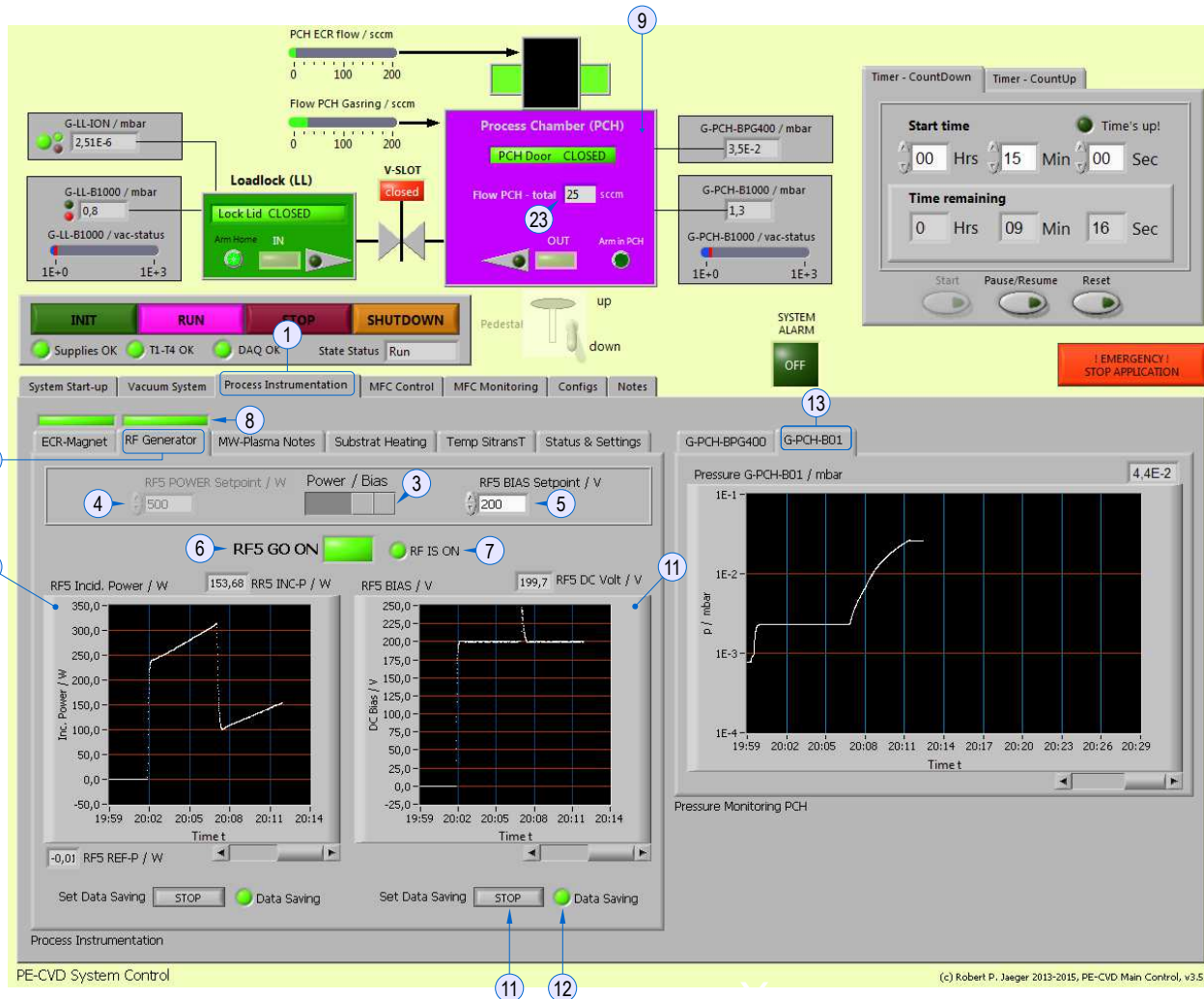


Abb. 6.5: Ansicht des Registerkartenbereichs „Process Instrumentation“

MFC Control

In Abb. 6.6 ist eine Ansicht des Registerkartenbereichs (1) „MFC Control“ dargestellt, in dem die einzelnen Massenflüsse der Prozessgase eingestellt werden können. Mit (2) ist ein Bereich markiert, der für die Einstellung und die Nutzung eines Prozessgases von Bedeutung ist. Zur Erläuterung der einzelnen Bedienelemente und Anzeigen dient der Massenflussregler „MFC #8“ für das Prozessgas Methan (CH_4). Das entsprechende Prozessgas ist üblicherweise voreingestellt, ansonsten kann eine Änderung mit (3) vorgenommen werden. Diese Einstellung ist relevant, damit der Regelbereich anhand des dazugehörigen Gaskorrekturfaktors entsprechend skaliert werden kann. Der maximale Regelbereich wird dann automatisch mit (4) angezeigt. Die Sollwertvorgabe eines Massenflusses erfolgt über das Feld (5), Einheit 1[sccm]. Der resultierende Istwert wird als numerischer Wert (6) angezeigt sowie in prozentualer Skalierung mit (7). Ein Zurücksetzen des Sollwerts auf „0 sccm“ ist mit (8) möglich. Der gesamte Massenfluss wird im Falle der Gasleitung A („Gasline A (PCH-ECR)“) sowohl mit der Anzeige (9) als auch im oberen Applikationsbereich mit (10) angegeben.

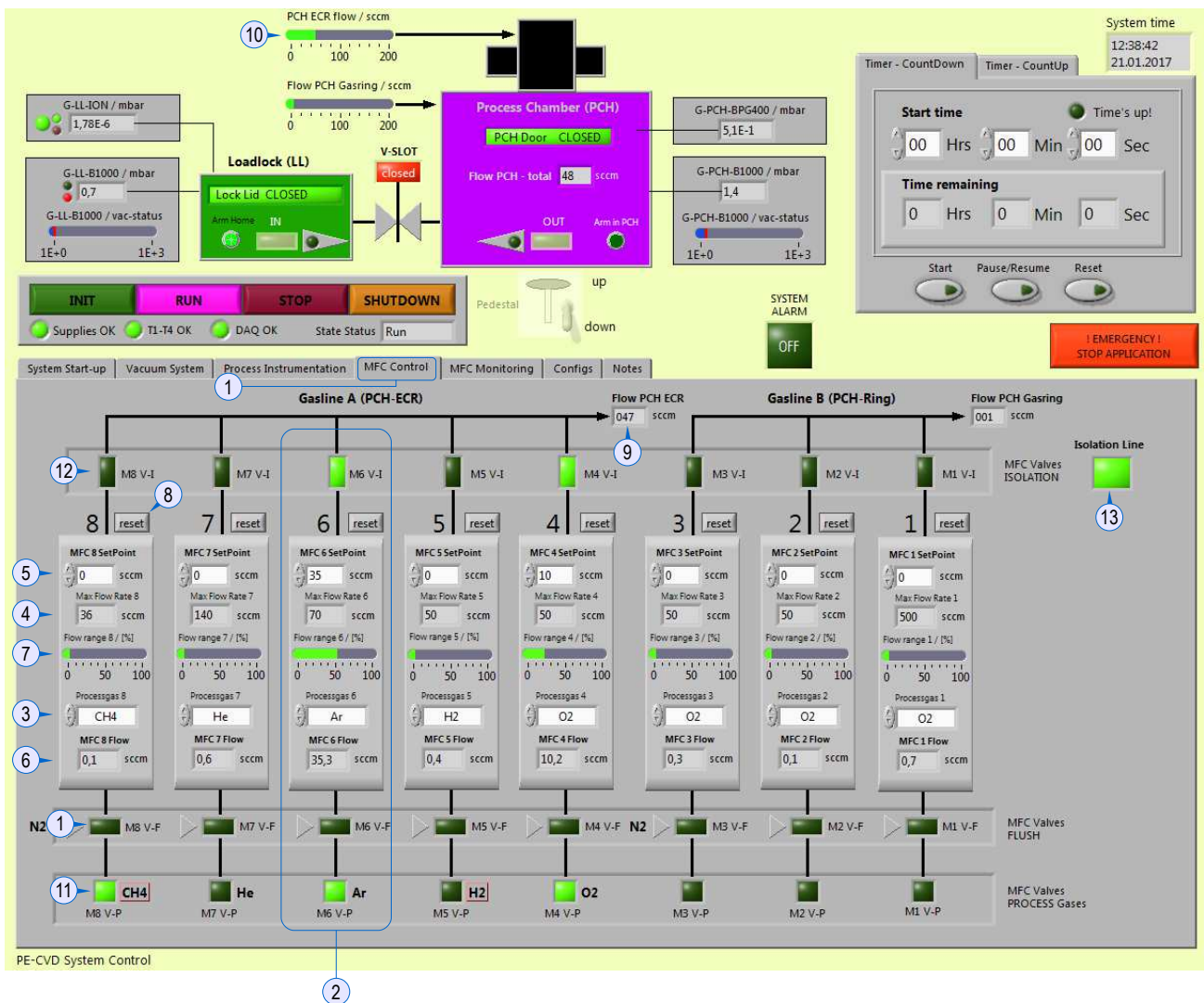


Abb. 6.6: Ansicht des Registerkartenbereichs „MFC Control“

Damit ein Prozessgas geregelt werden kann, müssen die entsprechenden Gasventile geöffnet sein. Beispiel: Durch Öffnen des Prozessgas-Gasventils (11) gelangt das Gas zunächst nur zum Massenflussregler, hier MFC #8. Erst wenn das Isolations-Gasventil (12) ebenfalls geöffnet ist, kann das Prozessgas reguliert und zur Gasleitung bzw. Prozesskammer gelangen. Als weitere Sicherheitsmaßnahme dient das Bedienelement (13), mit dem die Isolations-Gasventile 1 bis 8 gleichzeitig freigegeben werden.

6.4 Bedienhinweise für Vakuumsysteme

Anhand der folgenden Tabellen 6.1 bis 6.4 werden Hinweise zur Bedienung der Vakuumpumpen und anderer Komponenten gegeben, um die PECVD-Anlage z.B. in einen gewünschten Betriebsmodus zu bringen oder konkret ein Substrat in die Prozesskammer ein- und auszuschleusen.

Erläuterung zu den verwendeten Abkürzungen:

Druckbereich: ATM=Atmosphäre, GV=Großvakuum, FV=Feinvakuum, HV=Hochvakuum.

Gruppe: Pmp=Vakuumpumpentyp, Vac=Vakuum, pVac=Vorvakuum, Igas = Inertgas, Trs=Transfer.

Sonstige Abkürzungen: siehe Kapitel 4, insb. Abschnitt 4.6.1 (Abb. 4.7) und 4.7.1 (Abb. 4.10).

	Druckbereich	ATM→GV	GV→FV	FV→HV	GV/FV	FV-GV→ATM
Gruppe	Aktion Komponente	Einschalten / Vorevakuieren	Evakuieren	Basisdruck / Stand-by	Plasma- prozess	Belüften / Ausschalten
Pmp	Trivac D65BCS	ON	ON	ON	ON	OFF
	Turbovac 1000C	OFF	OFF / (ON)	ON	ON	OFF
Vac	V-SLOT	closed	closed	closed	closed *)	closed
	VAT F64	closed/(open)	closed/(open)	open	open : PM-5	closed
	V-PCH-ION	open	open	open	open	closed/(open)
	V-PCH-B01	open	open	open	open	closed/(open)
pVac	V-PCH-BYP	open	closed	closed	closed	closed
	V-PCH-RGH	closed	open	closed	closed	closed
	V-PCH-FRL	open	open	open	open	closed
Igas	V-PCH-RGH-BLD	closed/(open)	open	open	open	open
	V-PCH-PRG-TMP	closed/(open)	closed/(open)	open	open	closed/(open)
	V-PCH-VENT	closed	closed	closed	closed	open

Tabelle 6.1: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-PCH (Prozesskammer)

*) vor und nach Plasmaprozess kurz geöffnet („open“)

	Druckbereich	ATM→GV	GV→HV	s. Tabelle 6.3 und 6.4		FV-GV→ATM
Gruppe	Aktion Komponente	Einschalten / Vorevakuieren	Evakuieren / Stand-by	Einschleusen LL → PCH	Ausschleusen LL ← PCH	Belüften / Ausschalten
Pmp	Trivac D16B	ON	ON	ON	ON	OFF
	Turbovac 151C	OFF	ON	ON	ON	OFF
Vac	V-SLOT	closed	closed	siehe Tabellen 6.3	siehe Tabellen 6.4	closed
	V-LL-TMP-BTY	open	open			closed
pVac	V-LL-RGH	closed/(open)	closed			closed
	V-LL-FRL	open	open			closed
Igas	V-LL-BLD	closed	open			closed
	V-LL-PRG-TMP	closed	closed/(open)			closed/(open)
	V-LL-VNT	closed	closed			open

Tabelle 6.2: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-LL (Ladeschleuse)

Hinweis: Beim Ein- und Ausschleusen ist die Prozesskammer ausreichend evakuiert (HV-FV)!

	Druckbereich	HV-FV→ATM	ATM→FV	FV→HV	(LL,PCH): HV	LL: HV
Gruppe	Aktion Komponente	<u>Einschleusen:</u> Belüften und „Beschickung“	<u>Einschleusen:</u> Vorevakuieren	<u>Einschleusen:</u> Evakuieren	<u>Einschleusen:</u> Transferarm LL → PCH	<u>Einschleusen:</u> Transferarm LL ← PCH
Pmp	Trivac D16B	ON	ON	ON	ON	ON
	Turbovac 151C	ON	ON	ON	ON	ON
Vac	V-SLOT	closed	closed	closed	open	closed
	V-LL-TMP-BTY	closed	closed	open	open	open
pVac	V-LL-RGH	closed	open	closed	closed	closed
	V-LL-FRL	open	closed	open	open	open
Igas	V-LL-BLD	open	open	open	open	open
	V-LL-PRG-TMP	closed/(open)	closed/(open)	closed/(open)	open/(closed)	closed/(open)
	V-LL-VNT	open	closed	closed	closed	closed
Trs	Transferarm	OFF	OFF	OFF	ON (LL)	ON (PCH)
	Pedestal (PCH)	down	down	down	down → up	up → down

Tabelle 6.3: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-LL (Ladeschleuse) - Einschleusevorgang

	Druckbereich	(LL,PCH): HV-FV	LL: HV-FV	LL: HV-FV→ATM	
Gruppe	Aktion Komponente	<u>Ausschleusen:</u> Transferarm LL → PCH	<u>Ausschleusen:</u> Transferarm LL ← PCH	<u>Ausschleusen:</u> Belüften und Entnahme	
Pmp	Trivac D16B	ON	ON	ON	
	Turbovac 151C	ON	ON	ON	
Vac	V-SLOT	open	closed	closed	
	V-LL-TMP-BTY	open	open	closed	
pVac	V-LL-RGH	closed	closed	closed	
	V-LL-FRL	open	open	open	
Igas	V-LL-BLD	open	open	open	
	V-LL-PRG-TMP	open/(closed)	closed/(open)	closed/(open)	
	V-LL-VNT	closed	closed	open	
Trs	Transferarm	ON (LL)	ON (PCH)	OFF	
	Pedestal (PCH)	down → up	up → down	down	

Tabelle 6.4: Bedienhinweise für Vakuumsystem VacSys-LL (Ladeschleuse) - Ausschleusevorgang



7. Programmstruktur der PECVD-Applikation

In diesem Kapitel werden ergänzend und ggf. zum besseren Verständnis der PECVD-Applikation in Kapitel 6 einige Details zur Programmstruktur erläutert. Die Programmierung in NI LabVIEW erfolgt typischerweise auf einer grafischen Ebene in Form sog. Blockdiagramme. Im Rahmen dieses Abschnitts werden die Blockdiagramme vereinfacht dargestellt, um die Funktionalität auch für Nichtkenner von LabVIEW näher zu bringen.

7.1 Blockdiagramm-Struktur

Das Haupt-VI der PECVD-Applikation lautet „PECVD_LL_PCH_Main_Control_3v5.vi“ und beinhaltet insgesamt elf parallel laufende Programmschleifen. Diese sog. While-Schleifen werden hier mit „LOOP“ abgekürzt. Im Folgenden werden die LOOPS und deren wesentliche Funktion aufgeführt:

LOOP #1	Kernstruktur des Haupt-VIs (Zustandsmaschine)
LOOP #2	Signalerfassung mit Analogeingangsmodule NI PCI-6224
LOOP #3	Betriebsstundenzähler für Vakuumpumpen (softwarebasierend)
LOOP #4	Istwertanzeige von Massenflussreglern (Verlaufdiagramm)
LOOP #5	Prozessdauerermessung: Aufwärtszähler
LOOP #6	Prozessdauerermessung: Abwärtszähler
LOOP #7a/b	Messdatenprotokollierung für Massenflussregler
LOOP #8a/b	Messdatenprotokollierung für Druckmessinstrumente
LOOP #9	Empfang und Anzeige von SensorBox-Messdaten
LOOP #10	Ausgabe von Fehlermeldungen
LOOP #11	Beenden des Haupt-VIs LOOP #1 → Abbruch der While-Schleifen LOOP #2 bis #11

7.1.1 Programmstruktur zu LOOP #1

Diese While-Schleife stellt die Hauptstruktur der Applikation dar und beinhaltet eine sog. Zustandsmaschine oder einen Zustandsautomaten. Damit lassen sich in einer While-Schleife unterschiedliche Programmteile aufrufen, die z.B. durch eine Benutzerinteraktion gesteuert werden können. Andere LabVIEW-Strukturen wie z.B. der sog. „Queued-Message-Handler“ oder das „Actor Framework“ erlauben zwar leistungsfähige Programme aufzubauen. Diese Anforderung war für die Erstellung der PECVD-Applikation jedoch nicht zwingend erforderlich und wäre komplexer zu programmieren gewesen. Dagegen ist das Konzept der Zustandsmaschine für einen potentiellen, nachfolgenden Entwickler deutlich einsteigsfreundlicher und auf den ersten Blick verständlicher.

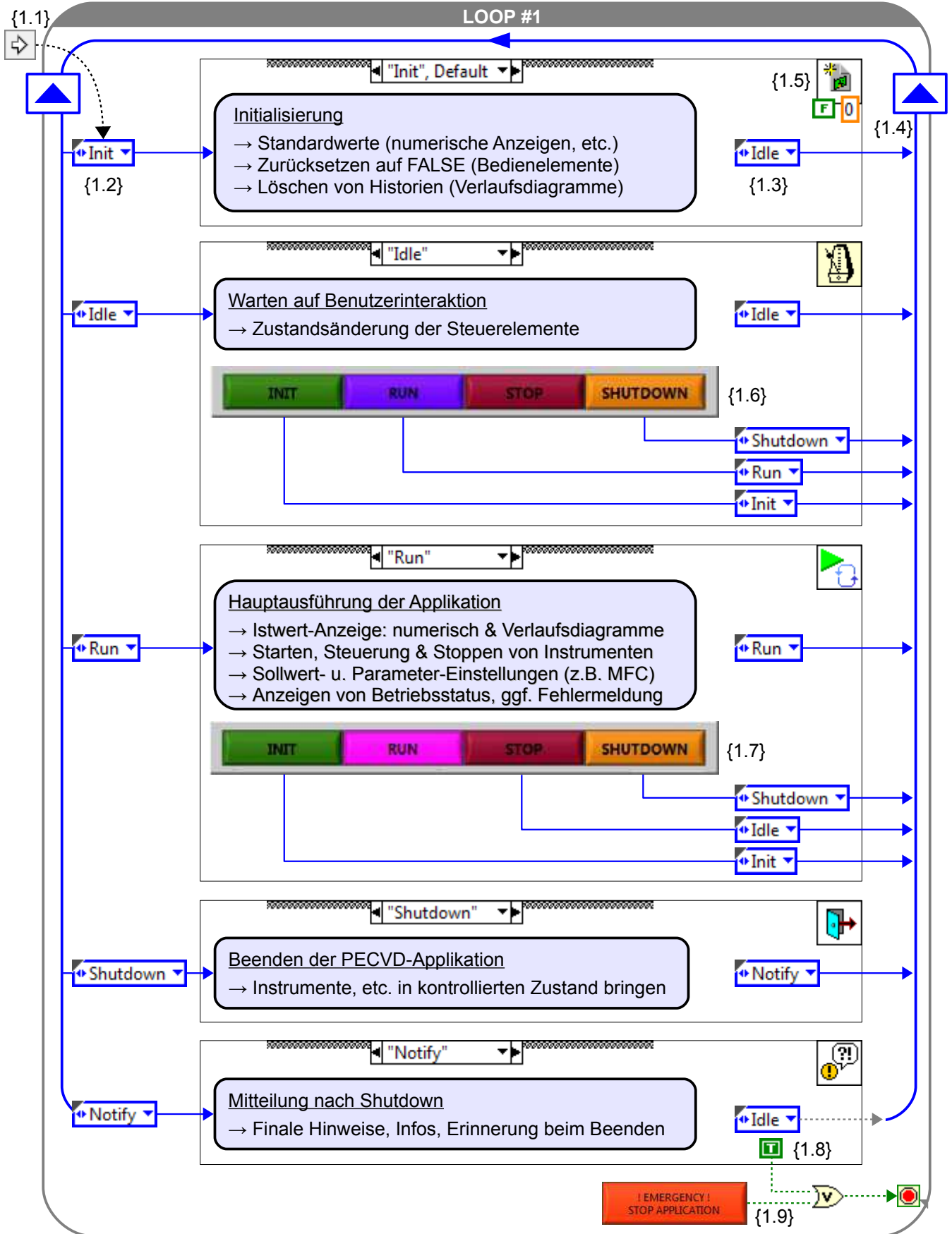


Abb. 7.1: Programmstruktur von „LOOP #1“

In Abb. 7.1 ist die vereinfachte Programmstruktur von „LOOP #1“ skizziert: {1.1} Start von LOOP #1 mit Anfangszustand INIT {1.2}. {1.3} Nach dem Ausführen von Case³⁷ INIT wird der neue Zustand IDLE {1.3} an das Schieberegister {1.4} übergeben. Ein Piktogramm oben rechts in jedem Case dient der Illustration, welche grundlegende Funktion die Case-Struktur jeweils hat; bei {1.5} ist dies die Initialisierung mit Standardwerten, etc. Eine Zustandsänderung im Case IDLE erfolgt durch den Benutzer mittels Betätigung von Bedienelementen {1.6}, hier als Applikations-Steuerelemente bezeichnet. Der Zustand RUN kann ebenfalls durch diese Steuerelemente {1.7} wieder geändert werden. Nach dem Ausführen von Case NOTIFY wird kein neuer Zustand mehr an das Schieberegister effektiv übergeben, da mit *true* {1.8} die While-Schleife beendet wird. Dies kann auch durch einen „Notabbruch“ {1.9} erfolgen.

Erläuterung zu den jeweiligen Cases der Zustandsmaschine:

INIT: Es werden Standardwerte für den (Neu-)Start der Applikation definiert und übernommen (Initialisierung).

IDLE: In diesem Case wartet die Applikation auf eine Änderung der Zustandsmaschine, welche durch die Bedienelemente oder Steuerelemente der Applikation INIT, RUN, STOP oder SHUTDOWN bewirkt wird.

RUN: Hierbei befindet sich die Applikation im aktiven Betriebsmodus und es kann beispielsweise der RF-Generator bedient/angesteuert werden.

SHUTDOWN: In diesem Case wird definiert, in welchen kontrollierten Zustand die PECVD-Anlage beim Beenden der Applikation gebracht werden soll. Hier ist z.B. wichtig, dass der RF-Generator nicht mehr angesprochen werden kann und inaktiv ist. Der Zustand wechselt dann automatisch zu dem abschließenden Case NOTIFY.

NOTIFY: Bevor die Applikation wirksam beendet wird, legt dieser Case fest, welche Hinweise für den Benutzer in Form eines Dialogfensters ausgegeben werden sollen. Beispielsweise kann eine Bemerkung wie „Closed gas lines?“ angezeigt werden, um sicher zu stellen, dass externe Gasleitungen manuell gesperrt/geschlossen wurden. Der Zustand IDLE wird beim nächsten Schleifendurchgang nicht mehr ausgeführt, da LOOP #1 über die Abbruchbedingung (*true*) gestoppt wird. Anschließend werden mit Hilfe von LOOP #11 die verbleibenden While-Schleifen gestoppt.

37 dt. Fall - im Rahmen der Programmierung eine Fallunterscheidung bzw. bedingte Anweisung

7.1.2 Programmstruktur zu LOOP #2 bis LOOP #11

In diesem Abschnitt wird die wesentliche Programmstruktur der While-Schleifen LOOP #2 bis #11 anhand schematischer Darstellungen kurz erläutert.

LOOP #2 - Signalerfassung mit Analogeingangsmodul NI PCI-6224

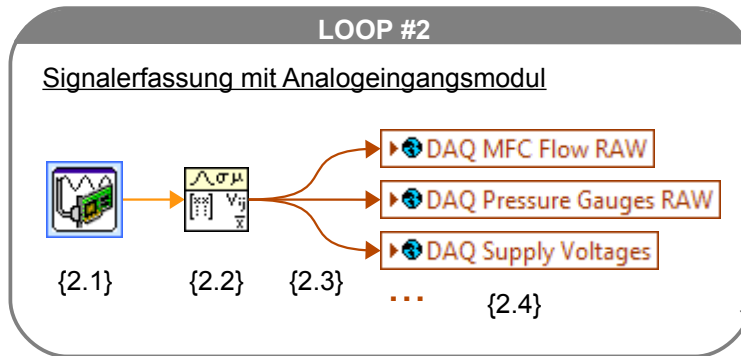


Abb. 7.2: Programmstruktur von „LOOP #2“

Erläuterung zu LOOP #2:

- {2.1} Signalerfassung mit PCI-6224 („NI DAQ Assistent“);
- {2.2} Mittelwertbildung der Messsignale;
- {2.3} Aufteilen und Bündeln in jeweilige Daten-Cluster;
- {2.4} Übergabe dieser Cluster an globale Variablen.

LOOP #3 - Betriebsstundenzähler für Vakuumpumpen (softwarebasierend)

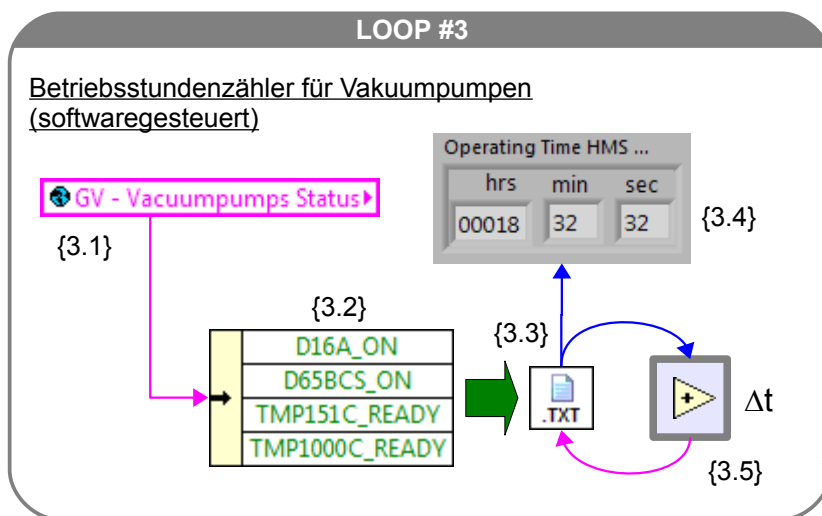


Abb. 7.3: Programmstruktur von „LOOP #3“

Erläuterung zu LOOP #3:

- {3.1} Auslesen des Betriebsstatus aus globalen Variablen;
- {3.2} Abfragen/Ermitteln des jeweiligen Betriebsstatus;
- {3.3} Auslesen der Log-Datei für letzten Zählerstand;
- {3.4} Anzeige des ausgelesenen Betriebszählerstands;
- {3.5} Addieren von zeitlichem Zählerstand ($\Delta t = +1$ s), wenn jeweiliger Status bei {3.2} *true*, dann Speichern in Log-Datei {3.3}.

LOOP #4 - Istwertanzeige von Massenflussreglern (Verlaufsdigramm)

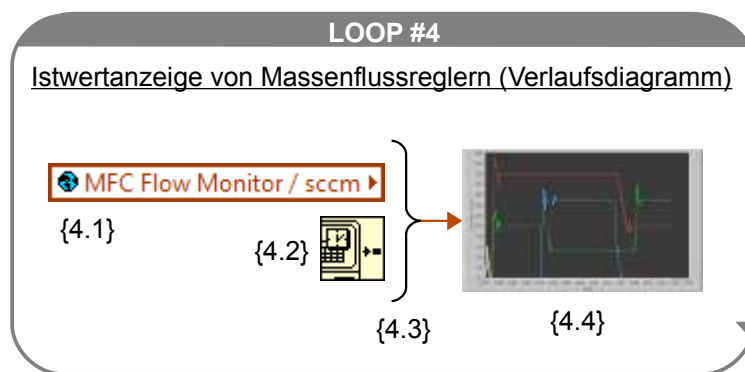


Abb. 7.4: Programmstruktur von „LOOP #4“

Erläuterung zu LOOP #4:

- {3.1} Auslesen des Betriebsstatus aus globaler Variablen;
- {3.2} Abfragen/Ermitteln des jeweiligen Betriebsstatus;
- {3.3} Auslesen der Log-Datei für letzten Zählerstand;
- {3.4} Anzeige des ausgelesenen Betriebszählerstands;
- {3.5} Addieren von zeitlichem Zählerstand ($\Delta t = +1$ s), wenn jeweiliger Status bei {3.2} *true*, dann Speichern in Log-Datei {3.3}.

LOOP #5 - Prozessdauer messung: Aufwärtszähler

Hinweis: siehe vergleichbare Programmstruktur in LOOP #6 - Prozessdauer messung: Abwärtszähler.

LOOP #6 - Prozessdauermessung: Abwärtszähler

An dieser Stelle soll nun die Programmstruktur des Abwärtszählers anhand eines symbolischen Fluss- und Zustandsdiagramms näher erläutert werden. In Abb. 7.6 (nächste Seite) wird die Funktionsweise und der Ablauf dieses „Countdown-Timers“ veranschaulicht, wobei an die typische Symbolik von LabVIEW (Blockdiagramm) angelehnt wird.

Der Start {6.1} der While-Schleife LOOP #6 beginnt mit dem Case IDLE {6.2}. So lange keine Benutzerinteraktion über die Bedienelemente wie {6.3} erfolgt, wird der Case IDLE im Ereignis [0]Timeout ausgeführt, so dass unter anderem die Anzeige „Time remaining“ {6.4} unverändert bleibt bzw. auf dem Anfangswert „0:0:0“. Nach Eingabe eines Startwerts/Countdowns und Betätigen von Start {6.3}, wechselt der Case von IDLE in den Modus Running {6.5} und im Ereignisfall [0]Timeout wird „SubVI_Timer_CountDown_Dt.vi“ {6.6} ausgeführt, so dass der Startwert im Intervall von einer Sekunde herabgesetzt wird; zudem ist {6.3} deaktiviert und ausgegraut. Ein Anhalten/Pausieren ist mit {6.7} möglich, der Countdown wird dann unverändert durch das Schieberegister {6.8} durchgeschleift. Ein wiederholtes Betätigen von {6.7} setzt ihn fort. Das VI {6.6} gibt drei Sekunden vor Ablauf des Countdowns ein *true* aus, um einen akustischen Alarm {6.9} auszugeben. Der vollständige Ablauf wird dann mit einem Indikator {6.10} signalisiert. Durch Betätigen von {6.11} werden die Anfangsbedingungen wieder hergestellt und ein erneuter Countdown kann gestartet werden.

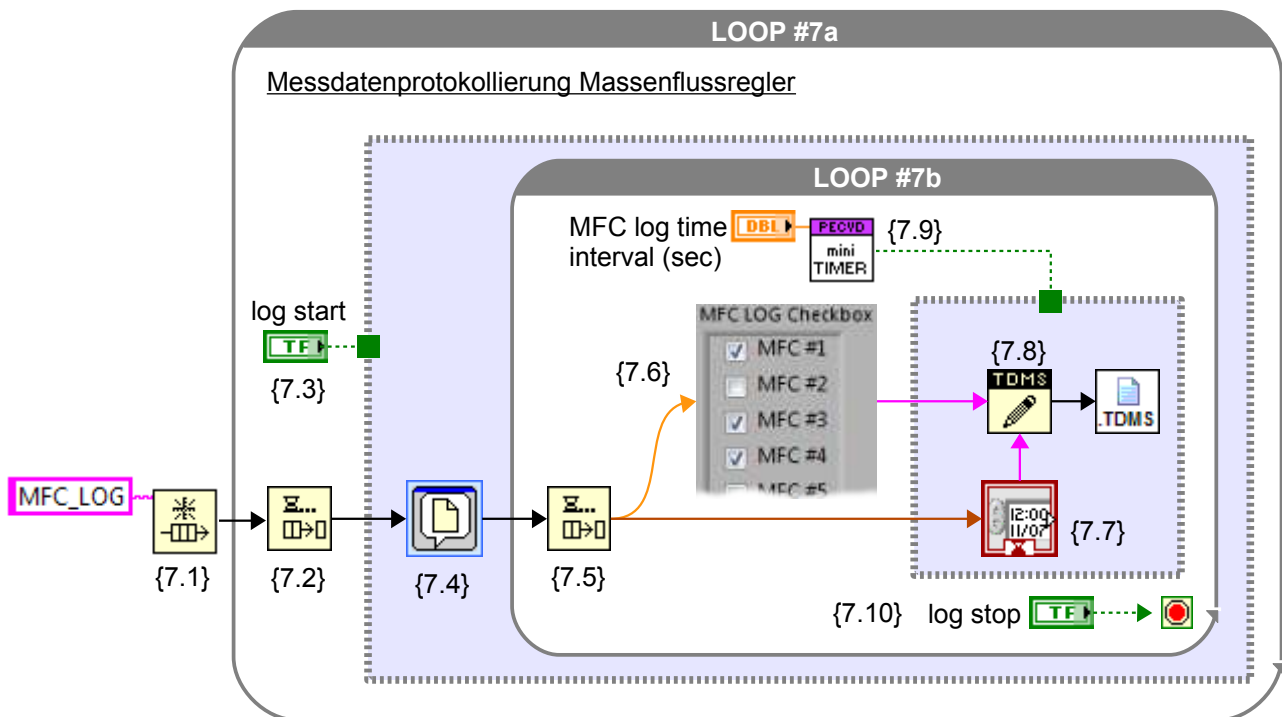
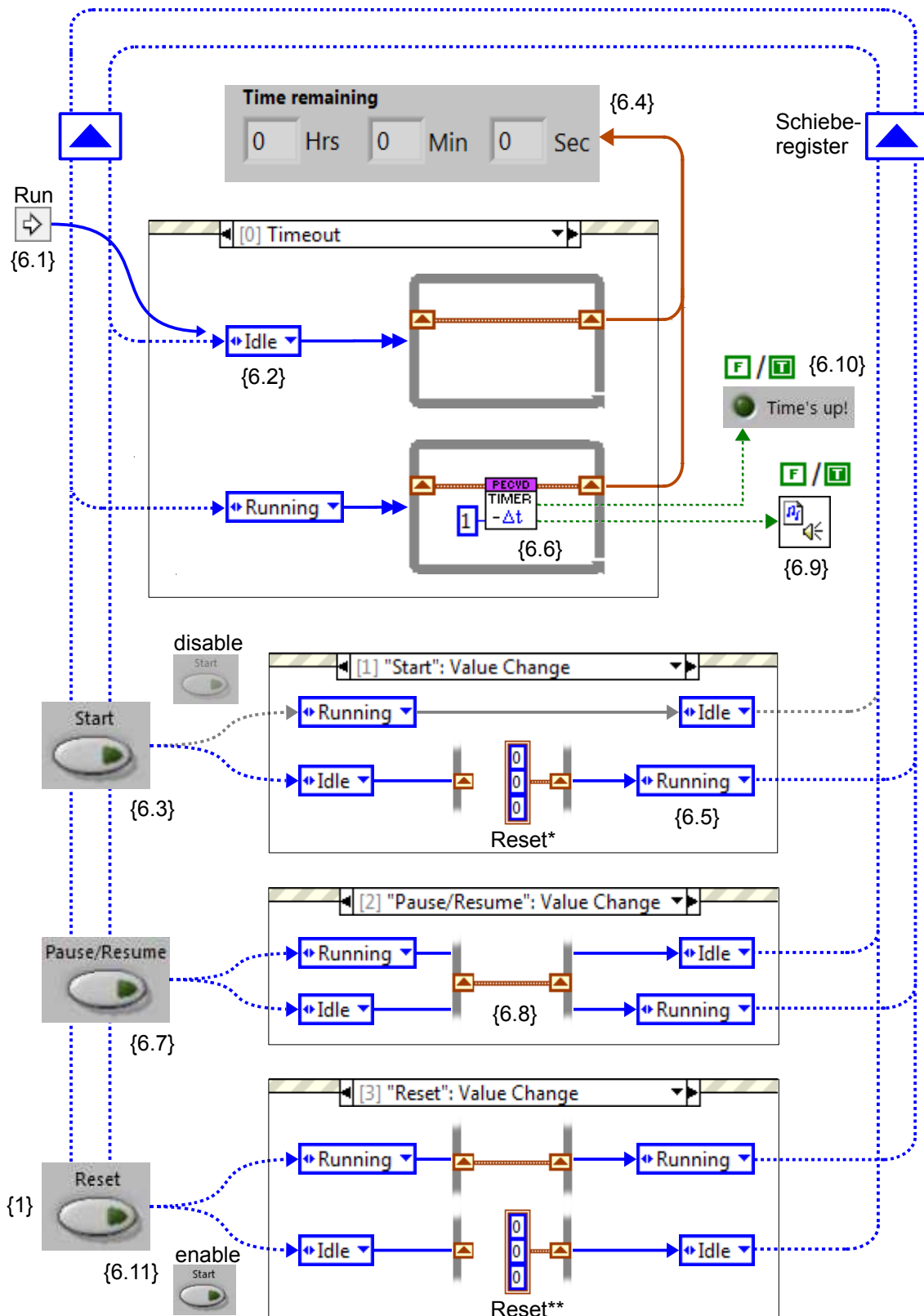


Abb. 7.5: Programmstruktur von „LOOP #7“



Reset* : Anzeige „HH:MM:SS“ → Standardwert „0:0:0“

Reset** : Indikator „Time's up!“ → FALSE; Anzeige „HH:MM:SS“ → Standardwert

Abb. 7.6: Symbolisches Fluss- u. Zustandsdiagramm zum Abwärtszähler („LOOP #6“)

Erläuterung zu LOOP #7a/b - Messdatenprotokollierung für Massenflussregler:

- {7.1} Anfordern der Daten-Queue „MFC_LOG“;
- {7.2} Entnahme (engl. dequeue) bzw. „Entleeren“ von Elementen aus Queue;
- {7.3} Wenn „log start“ *true* (manuell), Start von {7.4}, dann LOOP #7b;
- {7.4} Aufruf von Dateidialog: Angabe von Dateipfad, ggf. Namen etc.;
- {7.5} Entnahme von Elementen aus Queue „MFC_LOG“ (dequeue);
- {7.6} Selektive Auswahl/Weiterleitung von Messwerten & Parametern (Checkbox);
- {7.7} Konvertierung von Zeitstempel in Stringformat;
- {7.8} Schreiben von Werten in *.tdms-Datei, wenn {7.9} *true* ausgibt;
- {7.9} Über VI „miniTimer“ wird Zeitintervall für Messwertspeicherung definiert;
- {7.10} Abbruch der Messwertprotokollierung, wenn „log stop“ *true* (manuell).

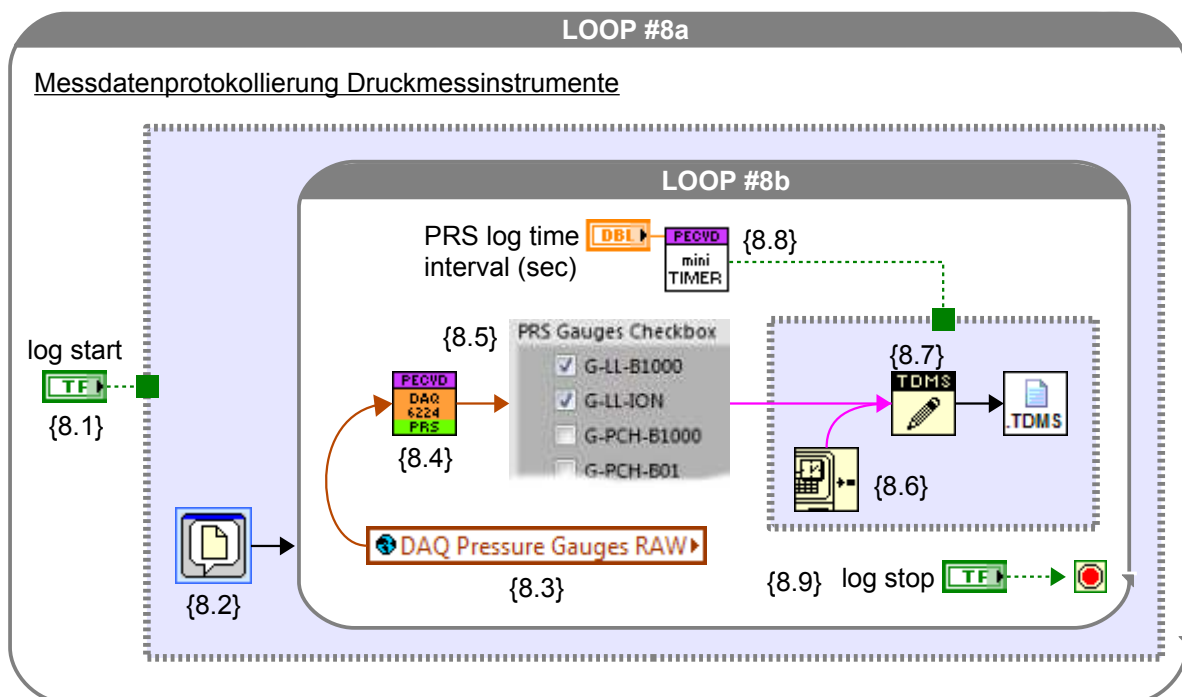


Abb. 7.7: Programmstruktur von „LOOP #8“

Erläuterung zu LOOP #8a/b - Messdatenprotokollierung für Druckmessinstrumente:

- {8.1} Wenn „log start“ *true* (manuell), Start von {8.2}, dann LOOP #8b;
- {8.2} Aufruf von Dateidialog: Angabe von Dateipfad, ggf. Namen, etc.;
- {8.3} Auslesen von aktuellen Rohmesswerten (→ LOOP #2) aus globaler Variablen;
- {8.4} Konvertierung/Umrechnung von Rohwerten in Druckmesswerte;
- {8.5} Selektive Auswahl/Weiterleitung von Druckmesswerten (Checkbox);
- {8.6} Konvertierung von aktueller Systemzeit in Stringformat;
- {8.7} Schreiben von Werten in *.tdms-Datei, wenn {8.8} *true* ausgibt;
- {8.8} Über VI „miniTimer“ wird Zeitintervall für Messwertspeicherung definiert;
- {8.9} Abbruch der Messwertprotokollierung, wenn „log stop“ *true* (manuell).

LOOP #9 - Empfang und Anzeige von SensorBox-Messdaten

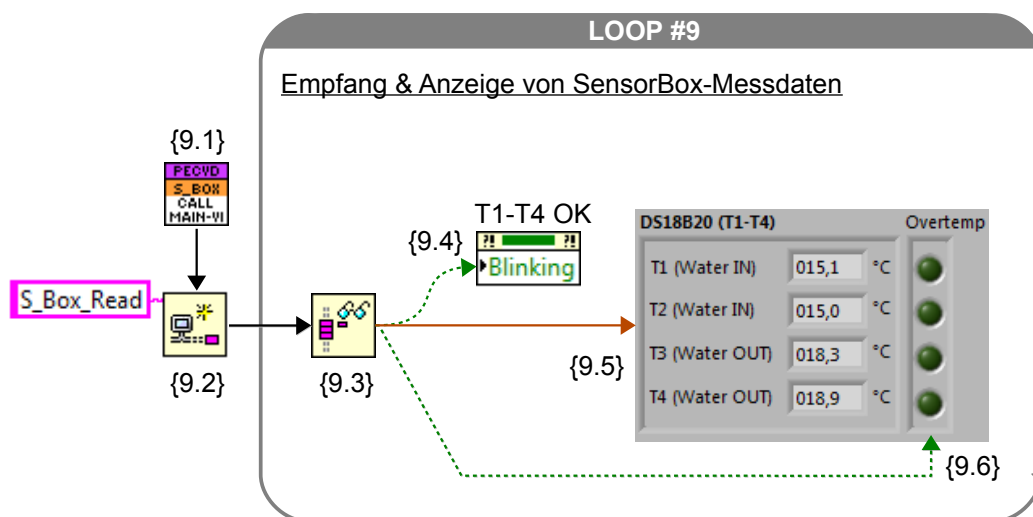


Abb. 7.8: Programmstruktur von „LOOP #9“

Erläuterung zu LOOP #9:

- {9.1} Überprüfen, ob Sende-VI bereits aktiv ist; wenn nicht, automatischer Start;
- {9.2} Starten von Empfangsendpunkt (via „local host“);
- {9.3} Auslesen der Sensordaten, etc. aus Netzwerk-Datenstrom (engl. streaming);
- {9.4} Anzeige von Kühlwassertemperatur „Status: OK“;
- {9.5} Anzeige von Sensorwerten/Temperaturen;
- {9.6} Anzeige von Übertemperaturwarnung „Overtemp“ (Übertemperatur).

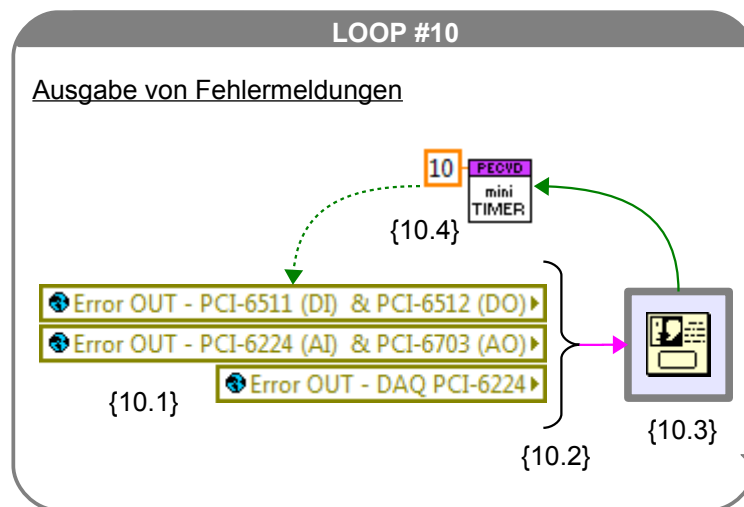


Abb. 7.9: Programmstruktur von „LOOP #10“

Erläuterung zu LOOP #10:

- {10.1} Auslesen von (Fehler-)Meldungen aus globaler Variablen;
- {10.2} Extrahieren von Fehlerstatus & Textinformationen;
- {10.3} Wenn Fehlerstatus *true*, dann Dialoganzeige;
- {10.4} Wiederholen der Meldung - so lange Fehler nicht behoben, Intervall: 10 Sekunden mit VI „miniTimer“.

LOOP #11 - Beenden des Haupt-VIs → Abbruch der While-Schleifen LOOP #2 bis #11

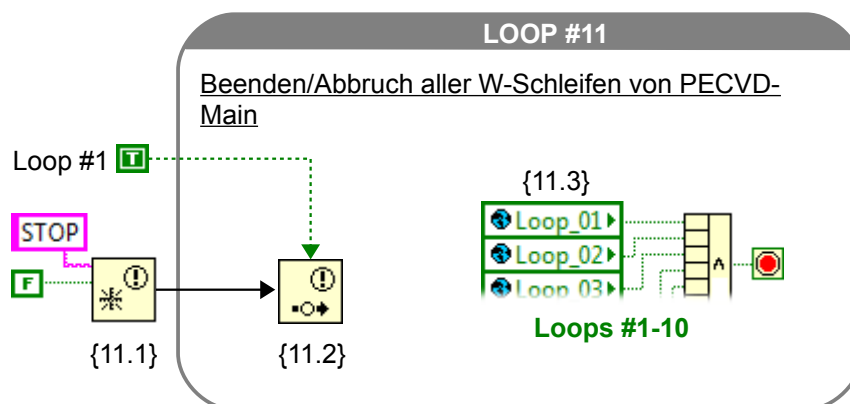


Abb. 7.10: Programmstruktur von „LOOP #11“

Erläuterung zu LOOP #11 - Beenden/Abbruch der While-Schleifen LOOP #2 bis #11:

- {11.1} Anfordern von Melder (Notifier: „STOP“);
- {11.2} Senden von *true*, wenn LOOP #1 (Zustandsmaschine) beendet ist;
- {11.3} Beenden von LOOP #11 erfolgt erst, wenn LOOP #1 bis #10
über lokale Variablen *true* zurückmelden.



8. Herstellung und Präparation von Targets

Der dominierende Mechanismus bei einer laserbasierten Ionenbeschleunigung wird sowohl durch die Parameter des Laserpulses (Intensität, zeitlicher Kontrast) beeinflusst als auch durch die Beschaffenheit des Targets. Insbesondere die Schichtdicke bzw. Liniendichte einer dünnen Target-Folie kann einen bedeutsamen Einfluss auf die erreichbare kinetische Energie und Anzahl einer Ionenspezies haben. Für den TSNA-Mechanismus werden Schichtdicken ab $1\text{ }\mu\text{m}$ bis hin zu $100\text{ }\mu\text{m}$ eingesetzt, deren Rückseite möglichst ebenmäßig sein sollte. Beim BOA-Mechanismus [Yin et al., 2006] werden die Ionen vor allem aus dem Targetvolumen heraus beschleunigt. In dem Fall werden bei den aktuell erreichbaren Laserparametern entsprechend dünne Schichtdicken benötigt, beispielsweise zwischen 200 nm und 1200 nm [Wagner, 2014]. Aufgrund der Ionenbeschleunigung aus dem Volumen heraus ist zudem die chemische Zusammensetzung des dünnen Targetmaterials äußerst relevant. Aus den genannten Gründen ist die Entwicklung von Targets und entsprechenden Materialien ebenso wichtig für die Nutzung eines Beschleunigungsmechanismus wie die Kontrolle eines Laserpulsprofils.

Im Rahmen einer sog. „Neutronenstrahlzeit“ [Kleinschmidt, 2017] wurden als Targetmaterial dünne Folien aus Polystyrol eingesetzt, die zu etwa 50 % aus Deuterium bestanden (C_8D_8). Diese dünnen Folien wurden im Targetlabor des Instituts für Kernphysik (TU Darmstadt) hergestellt, indem das Polymer in deuteriertem Toluol gelöst und anschließend mittels Rotationsbeschichtung (engl. spin-coating) ausgeformt wurde; diese Vorgehensweise wird z.B. in [Tebartz, 2014] näher beschrieben.

Als mindestens ebenbürtige Alternative wurden im Rahmen dieser Arbeit mittels PECVD-Prozesstechnik dünne Schichten aus einem wasserstoffreichen amorphen Kohlenstoff hergestellt. Die Eigenschaften dieser Stoffklasse, wie z.B. die Festigkeit, Härte oder chemische Zusammensetzung, lassen sich in einem weiten Bereich über die Prozessparameter variieren [Varhue et al. 1990; Schwarz-Selinger et al., 1999]. Der Fokus bei der Targetherstellung lag dabei nicht nur auf dem kontrollierten Einstellen einer gewünschten Schichtdicke (vgl. Abschnitt 9.1), sondern zielte auf einen möglichst hohen Gehalt an Wasserstoff bzw. Deuterium ab.

In Abschnitt 8.1 wird zunächst geschildert, welche Eigenschaften insbesondere amorpher Kohlenstoff besitzt und welcher Plasmaprozess für eine geeignete Schichtherstellung ausgewählt wurde. In Abschnitt 8.2 folgt eine Beschreibung der Prozessdurchführung samt Angabe der verwendeten Parameter. In Abschnitt 8.3 wird die Herstellung von deuterierten DLC-Schichten mit der dazugehörigen Gassynthese von CD_4 erläutert. Abschließend wird in Abschnitt 8.4 eine eigens entwickelte Methode zur Präparation von freitragenden Folien für Targets dargestellt.

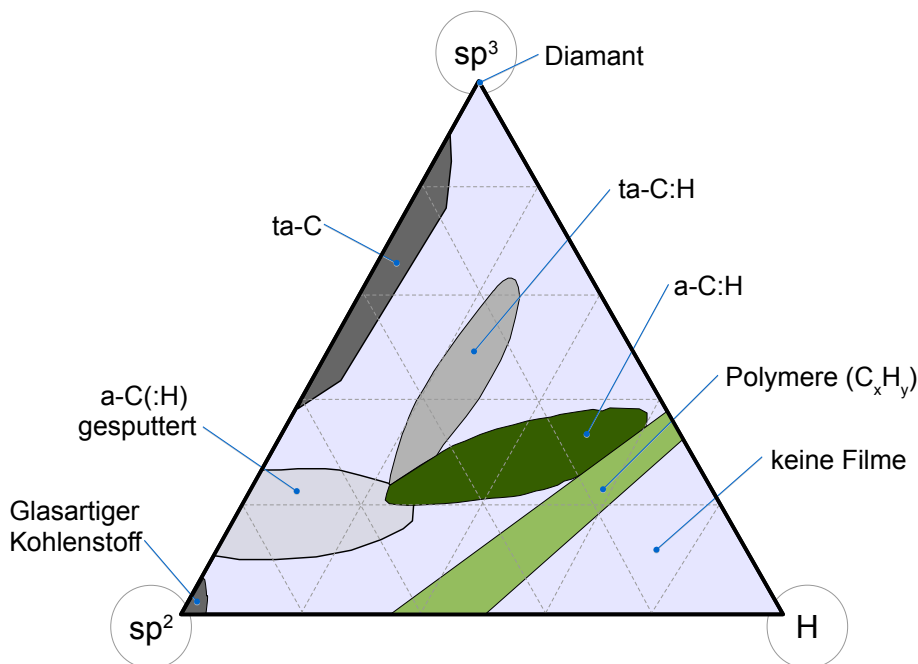
8.1 Diamantähnlicher Kohlenstoff

In diesem Abschnitt wird erläutert, welche Eigenschaften amorpher bzw. diamantähnlicher Kohlenstoff besitzt und aus welchem Grund es sich als Targetmaterial für z.B. Laser-Ionen-Experimente exzellent eignet.

8.1.1 Modifikationen von amorphem Kohlenstoff

Das Element Kohlenstoff zeigt sich nicht nur in einer schier unbegrenzten Vielfalt organischer Verbindungen, sondern erscheint auch in diversen Modifikationen wie beispielsweise in kristalliner Form als Diamant und Graphit sowie in nicht kristalliner Gestalt als amorpher Kohlenstoff, der ggf. nur in Nahordnung einen kristallinen Charakter aufweist.

Kohlenstoff besitzt im Grundzustand zwar die Elektronenkonfiguration $1s^2 2s^2 2p^2$, aufgrund der geringen Energiedifferenz zwischen 2s- und 2p-Orbital bilden sich jedoch sp -, sp^2 - und sp^3 -Hybridorbitale aus. Unter anderem resultieren daraus unterschiedliche Erscheinungsformen des Kohlenstoffs, wie in Abb. 8.1 anhand des ternären Phasendiagramms gezeigt. Diamant besitzt eine kubische Kristallstruktur bei einem sp^3 -Hybridisierungsanteil von 100 %, Graphit weist hingegen nur sp^2 -hybridisierte Bindungen auf. Der jeweilige sp^2 - und sp^3 -Bindungsanteil einer Kohlenstoffmodifikation wird durch die Position in dem Phasendiagramm ersichtlich. Amorpher Kohlenstoff (a-C) besitzt z.B. als sog. glasartiger Kohlenstoff einen hohen sp^2 -Anteil und liegt in ungeordneter Struktur vor, wie mitunter auch Ruß oder Kohle. Einen höheren sp^3 -Anteil weist amorpher Kohlenstoff a-C(:H) auf, der durch Kathodenzerstäubung (engl. sputtering) erhalten wird und geringe Mengen an Wasserstoff enthalten kann. Tetraedrisch koordinierter Kohlenstoff ta-C besitzt überwiegend sp^3 -Bindungen, ist frei von Wasserstoff und kann mechanisch diamantähnliche Eigenschaften aufweisen. Tetraedrische amorphe Kohlenstoffschichten des Typs ta-C:H sind größtenteils sp^3 -hybridisiert und können einen Wasserstoffanteil von 25 % beinhalten.



Amorpher Kohlenstoff des Typs a-C:H ist für die eingangs erwähnte Targetherstellung besonders interessant, da er einen Wasserstoffgehalt von mindestens 35 % aufweist. Besitzt dieser amorphe Kohlenstoff einen hohen Anteil an sp^3 -Bindungen wird er auch als diamantähnlicher Kohlenstoff bezeichnet, engl. diamond-like carbon (DLC). Im Gegensatz zu Diamant lässt sich DLC-Material bereits nahe Raumtemperatur sehr gut verfahrenstechnisch abscheiden.

Abb. 8.1: Ternären Phasendiagramm der Bindungsanteile von Kohlenstoff, nach [Robertson, 2002]

Auch wenn die ersten DLC-Schichten bereits 1971 hergestellt wurden [Aisenberg et al., 1971], so finden sich auch heutzutage noch zahlreiche neue Anwendungsfelder und Forschungsgebiete. Dazu gehört unter anderem die Entwicklung und Herstellung eines widerstandsfähigen Korrosionsschutzes, tribologischer Beschichtungen (Medizin), verschleißarmer Kugellager und kratzfester Beschichtungen für optische Komponenten. DLC-Schichten sind darüber hinaus chemisch inert und undurchlässig für Flüssigkeiten. Standardmäßig werden zur Schichtherstellung Niederdruckplasmen eingesetzt, wobei ein kohlenwasserstoffhaltiges Prozessgas, wie z.B. Methan oder Acetylen, als chemische Vorstufe dient (engl. precursor).

8.1.2 Diamantähnlicher Kohlenstoff als Targetmaterial

Eine wasserstoffreiche Kohlenstoffschicht wie a-C:H erscheint als „Kandidat“ für ein geeignetes Targetmaterial vielversprechend. Wie in Abb. 8.1 zu sehen, steht diese Stoffklasse (dunkelgrüne Fläche) den darunter angrenzenden Polymeren recht nahe; dennoch unterscheiden sich diese beiden Stoffklassen in vielen Eigenschaften voneinander (Dichte, Festigkeit, Struktur, etc.). Die Eigenschaften einer Schicht aus a-C:H, wie z.B. der Wasserstoffgehalt, lassen sich durch die Prozessparameter beeinflussen. Dies ist allgemein der Prozessdruck, das Prozessgas und dessen Massenfluss sowie die Bias-Spannung des Substrates und dessen Temperatur. Ebenso spielt die Erzeugung und Anregung des Niederdruckplasmas eine wichtige Rolle (z.B. RF- oder ECR-Plasma).

Je nach Wahl der Prozessparameter ergeben sich amorphe Kohlenstoffschichten, die z.B. nach [Silva et al., 2002] als „diamond-like amorphous carbon“ (DAC) oder „polymerlike amorphous carbon“ (PAC) bezeichnet werden. Schichten aus DAC besitzen eine Härte zwischen 20 und 40 GPa, eine Dichte von 1,5 bis 3,0 g/cm³ sowie einen Wasserstoffgehalt von 20 bis 40 %. Schichten aus PAC zeichnen sich hingegen durch eine „weiche“ Härte aus und besitzen einen Wasserstoffgehalt zwischen 40 und 65 %. [Robertson, 2002] gibt für „weiche“ a-C:H-Schichten folgende Werte an: Dichte 1,2 bis 1,6 g/cm³ sowie einen Wasserstoffgehalt zwischen 40 und 50 %.

Eine Recherche ergab, dass insbesondere zwei Parameter den Wasserstoffgehalt maßgeblich beeinflussen: das Prozessgas und die Bias-Spannung des Substrates. In [Schwarz-Selinger et al., 1999] wird berichtet, dass mittels PECVD-Verfahren Schichten aus DLC mit diversen Prozessgasen bei unterschiedlichen Ionenenergien abgeschieden wurden. Dabei wurde unter anderem der Gehalt an Wasserstoff untersucht. Sowohl ungesättigte Prozessgase (CH₄, C₂H₆, C₃H₈, C₄H₁₀) als auch ungesättigte Kohlenwasserstoffe (C₂H₄, C₂H₂) sowie Gemische dieser Gase mit Wasserstoff wurden betrachtet. Zusätzlich wurde die Bias-Spannung der Arbeitselektrode bzw. des Substrates variiert, um den Einfluss der resultierenden Ionenenergie zu beobachten. Den Untersuchungen zufolge konnte mit dem Prozessgas Methan der höchste Wasserstoffanteil bei einer DLC-Beschichtung erzielt werden – wenn zugleich die Bias-Spannung minimal war (nur Floating-Potential).

In [Varhue et al., 1990] wurde der Einfluss der Bias-Spannung näher untersucht, als Prozessgas wurde dabei ausschließlich Methan verwendet. Die Schichtabscheidung erfolgte mit Hilfe einer ECR-Plasmaquelle bei einem Prozessdruck von 3 mTorr (0,4 Pa). Es wurde festgestellt, dass sich bereits durch die Wahl der Bias-Spannung die Materialeigenschaften der resultierenden DLC-Schicht in einem sehr weiten Bereich variieren ließ, insbesondere die spezifische Dichte oder der Wasserstoffanteil. Wie in Abb. 8.2 zu sehen, ergab sich je nach Wasserstoffanteil eine Dichte von etwa 1,4 bis 2,2 g/cm³. In Abb. 8.3 ist zu erkennen, dass ein maximaler Wasserstoffgehalt von etwa 50 % erhalten wurde, wenn keine Bias-Spannung am Substrat vorhanden war. Der Wasserstoffanteil wurde mit Hilfe der (engl.) „nuclear reaction analysis“ (kurz: NRA) bestimmt, die Unsicherheit betrug 0,05 at.% (vgl. auch Abschnitt 9.2).

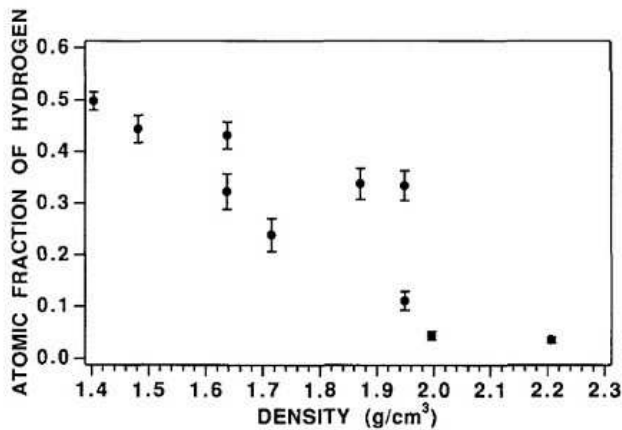


Abb. 8.2: Wasserstoffanteil (at.%) in Abhängigkeit der korrespondierenden Dichte der DLC-Schicht, entnommen aus [Varhue et al, 1990]

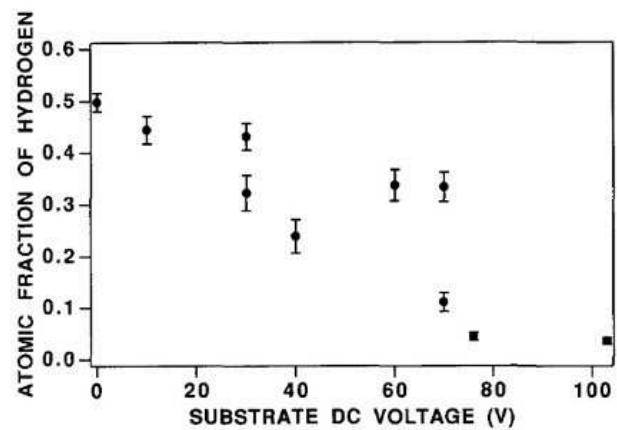


Abb. 8.3: Wasserstoffanteil (at.%) in Abhängigkeit von der negativen Substratvorspannung (Bias), entnommen aus [Varhue et al, 1990]

Aufgrund dieser Resultate wurde entschieden, die Standardprozedur von [Varhue et al, 1990] als Ausgangsbasis zu verwenden. Außerdem war in dem Fall die Prozessanlage ähnlich aufgebaut wie das im Rahmen dieser Arbeit eingesetzte PECVD-System.

8.2 Durchführung des PECVD-Prozesses mit CH_4

Bevor ein PECVD-Prozess für eine DLC-Beschichtung gestartet wurde, erfolgten mindestens folgende Vorbereitungsschritte:

- Erreichen eines Basisdrucks in der Prozesskammer (PCH) von $p < 10\text{E-}5$ mbar.
- Präparation des Substrates: Wenn angemessen oder erforderlich, zurechtschneiden kleiner Proben/Stücke. Bei Wafern, die aus der Originalverpackung entnommen wurden, war eine Reinigung im Ultraschallbad nicht erforderlich.
- Reinigung im Ultraschallbad, Nachspülen mit Isopropanol und Trocknen mit sauberem, trockenem Stickstoffgas.
- Unmittelbares Einschleusen in Prozesskammer, um Absetzen von Partikeln auf der Oberfläche zu vermeiden.
- Ionenätzen mit Argon

Die Prozessparameter für das Ionenätzen sind in der Tabelle 8.1 vermerkt. Dieser Prozessschritt diente dazu, eventuell störende Oberflächenschichten vor dem DLC-Plasmaprozess zu entfernen und damit eine reproduzierbare Haftung der Schicht zu gewährleisten. Beim Ionenätzen wurden mit einem ECR-Plasma Argon-Ionen erzeugt, die infolge einer eingestellten Bias-Spannung von -200 V auf die Arbeitselektrode bzw. das Substrat beschleunigt werden. Die Prozessdauer wurde so kurz gewählt, dass im Falle eines Silizium-Substrats die native Oxidschicht weitestgehend intakt blieb (siehe Abschnitt 8.4.1).

Nach dem Ionenätzen wurde erneut ein Basisdruck von $p < 10 \text{E-5 mbar}$ angestrebt und danach der DLC-Prozess gestartet. Die Prozessparameter hierfür sind ebenfalls in der Tabelle 8.1 vermerkt. Insbesondere die Wahl des Drucks und des Prozessgases basiert auf der Standardprozedur wie in [Varhue et al., 1990] beschrieben.

Bei der Schichtabscheidung von DLC in einem Niederdruckplasma spielt bei Verwendung des Prozessgases Methan (CH_4) das Radikal CH_3 die dominierende Rolle [Keudell et al., 1998]. Dieses Radikal lagert sich mittels Chemisorption an freien Bindungen der DLC-Schicht an, welche während des Prozesses unter anderem durch Ionenbeschuss entstehen können.

Prozessparameter	Prozess: Ionenätzen (IE)	Prozess: DLC-Beschichtung
Druck	30 mTorr (4 Pa)	3 mTorr (0,4 Pa)
Prozessgas	Argon	Methan
Reinheit	Ar: 99,999 Vol%	CH_4 : 99,9995 Vol%
Massenfluss	10 sccm	20 sccm
MW-Leistung (ECR)	200 W	200 W
Bias-Spannung	-200 V	0 V (bzw. floating)
Dauer	10 min.	30 bis 60 min.

Tabelle 8.1: Prozessparameter für Ionenätzen und DLC-Beschichtung (PECVD)

Abb. 8.4 zeigt einen Silizium-Wafer, der für Testzwecke mit DLC beschichtet wurde, wie oben geschildert. Allerdings erfolgte hier die Beschichtung in zwei Schritten mit jeweils einer Dauer von etwa 20 Minuten. Vor jedem Beschichtungsprozess wurde der Wafer mit einem Glasobjektträger abgedeckt, so dass der darunter liegende Bereich nicht beschichtet wurde. Da die Abdeckung zwischen den beiden Schritten um 90° gedreht wurde, ergab sich ein Kreuzmuster aus fünf Feldern. Das zentrale Feld war stets abgedeckt, so dass dieser Bereich unbeschichtet blieb. Die umliegenden quadratischen Felder entsprechen einer Beschichtung nach 20 Minuten, der verbleibende Waferbereich nach insgesamt 40 Minuten.

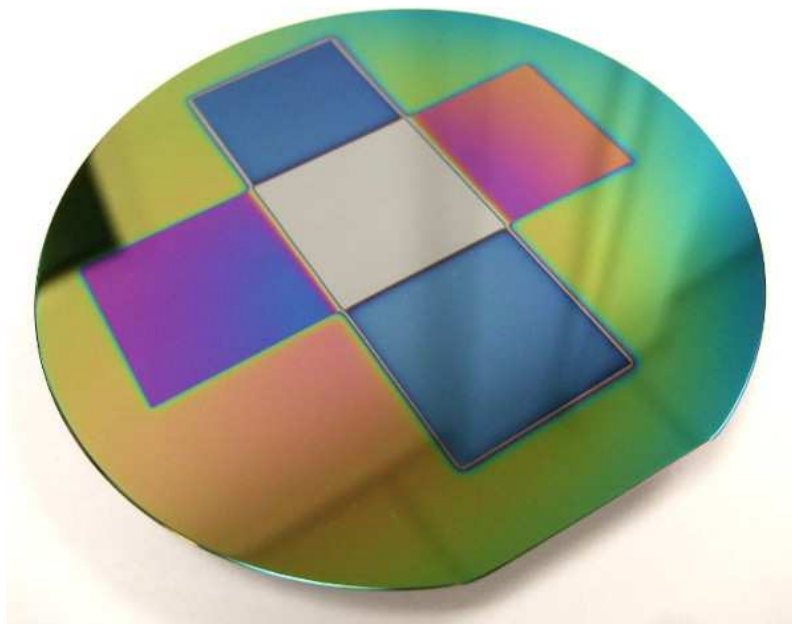


Abb. 8.4: Silizium-Wafer mit DLC-Beschichtung (teilweise)

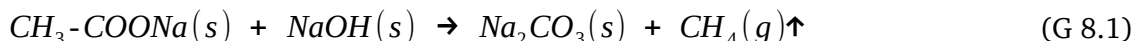
8.3 Herstellung von deuterierten DLC-Schichten

Bereits DLC-Schichten mit einem hohen Anteil an Wasserstoff (a-C:H) stellen für Laser-Ionen-Experimente ein interessantes Targetmaterial dar. Wie eingangs erwähnt, wurden deuteriumhaltige Polystyrolfolien dazu genutzt, um mit einer laserbasierten Ionenbeschleunigung Neutronen zu erzeugen. Das Herstellungsverfahren jener Polystyrolfolien war nicht nur recht aufwendig, sondern erforderte zudem kostspielige Hilfsstoffe wie deuteriertes Toluol. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde gezeigt, dass die PECVD-Prozesstechnik eine attraktive Alternative darstellt, hochwertige Schichten mit einem hohen Anteil an Deuterium herzustellen. Als Lieferant für Deuterium wäre ein Precursor, wie das bereits vorhandene deuterierte Toluol, denkbar gewesen. Allerdings waren Erfahrungswerte und notwendige Apparaturen für einen solchen Precursor bisher nicht vorhanden. Aus dem Grund wurde von dem vertrauten DLC-Plasmaprozess ausgegangen (Abschnitt 8.2). Dafür wurde deuteriertes Methan eingesetzt, um Schichten aus a-C:D zu erhalten und somit stöchiometrisch etwa 50 % Deuterium. Das benötigte CD_4 ist jedoch recht kostspielig: eine Anfrage³⁸ ergab einen Preis von etwa 500 Euro je Liter. Daher wurde entschieden, ein solches Prozessgas im Labormaßstab selbst zu synthetisieren, aufzubereiten und für den Prozess bereitzustellen. Dieser Aufwand ist zwar nicht unbedeutend, aber zeigt eine Methode auf, um ggf. auch andere deuterierte Prozessgase im Kleinmaßstab herstellen zu können.

38 Stand der Recherche: 2015

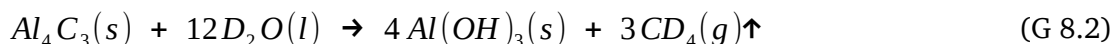
8.3.1 Planung der CD₄-Synthese

Zunächst wurde nach chemischen Synthesen recherchiert, mit denen sich Methangas (CH₄) üblicherweise im Labormaßstab herstellen lässt. Ein wichtiger Aspekt war dabei, dass die Edukte in deuterierter Form einfach und zu einem möglichst günstigen Preis lieferbar wären oder alternativ selbst hergestellt werden könnten. Eine gängige Laborsynthese stellt die Festphasenreaktion von Natriumacetat mit Natriumhydroxid dar:



Nachteilig ist in dem Fall, dass beide Edukte deuteriumhaltig sein müssen. Zudem ist jede Chemikalie nur mit großem Aufwand lieferbar. Abgesehen von entsprechend hohen Kosten sind die Edukte äußerst hygroskopisch, was eine Verarbeitung (Mahlen, Vermischen) durch Aufnahme von H₂O aus der Umgebung ungünstig erschweren würde. Ebenso fällt die mögliche Ausbeute an Methan recht gering aus.

Bei der Recherche wurde letztlich eine Synthese näher betrachtet und entwickelt, die besonders attraktiv erschien:



Hier wird lediglich ein deuteriertes Edukt (schweres Wasser) benötigt, das für einen Reaktionsstart gezielt zu dem pulverförmigen Aluminiumcarbid hinzugegeben werden muss. Es handelt sich um gängige Chemikalien, die beide einfach und kostengünstig³⁹ zu beziehen sind. Außerdem wird ersichtlich, dass die Ausbeute mit drei Mol CD₄ je eingesetztem Mol Al₄C₃ vorteilhaft ist.

Im Folgenden soll abgeschätzt werden, welche Gasmenge an (deuteriertem) Methan für einen DLC-Prozess voraussichtlich benötigt wird und welche Stoffmenge je Edukt hierfür umgesetzt werden muss.

Im Rahmen der bisher durchgeführten Prozesse beträgt die Abscheidungsrate mindestens 10 nm pro Minute bei einem Massenfluss an Methan von Q=20 sccm. Bei einer angestrebten DLC-Schichtdicke von beispielsweise d=500 nm ergibt sich eine Prozessdauer von t=50 min bzw. eine benötigte Prozessgasmenge mit einem Volumen von V_{min}=1200 ml. Für die Gassynthese muss dieses Mindestvolumen mit dem Eigenvolumen der Apparatur V_{app} von etwa 400 ml ergänzt werden. Weiterhin wird ein Puffer-volumen V_{buff}=600 ml angenommen für eine eventuell längere Prozessdauer, umfangreiche Gasanalysen und eine geringere, reale Ausbeute. Aufgrund dieser Annahmen ergibt sich letztlich ein Gesamtvolumen von V_{ges}=2200 ml an Methan (CD₄).

Bei Standardbedingung (SATP⁴⁰) beträgt das molare Volumen V_m=24,465 l/mol, so dass das genannte Gesamtvolumen V_{ges} einer Stoffmenge n(CD₄) von etwa 0,09 mol entspricht. Aus der Stöchiometrie der Reaktionsgleichung (G 8.2) folgt, dass die Edukte mit folgender Stoffmenge n bzw. Einwaage m eingesetzt werden müssen (M=molare Masse):

1. Aluminiumcarbid: n(Al₄C₃)=0,03 mol entsprechend ca. m(Al₄C₃)=4,3 g; M(Al₄C₃)=143,96 g/mol
2. Schweres Wasser: n(D₂O)=0,36 mol entsprechend ca. m(D₂O)=7,2 g; M(D₂O)=20,03 g/mol

³⁹ Kostenkalkulation: siehe weiter unten

⁴⁰ Standard Temperature, Pressure, Dry (T=25 °C, p=1013 mbar)

Beide Edukte können standardmäßig und je nach Liefermenge zu einem kostengünstigen Preis vom Fachhandel bezogen werden. Zum Zeitpunkt der durchgeführten Gassynthese betrug der „Wareneinsatz“ rund 10 Euro. Damit konnte ein Volumen von etwa 2000 ml CD_4 hergestellt bzw. 1500 ml für den Prozess genutzt werden.

Planung des Syntheseaufbaus

Für die geplante Gassynthese ist nicht nur relevant, das gewonnene Prozessgas unter Luftabschluss zur PECVD-Anlage zu führen, sondern es auf dem Weg dorthin entsprechend aufzubereiten. Bei der Synthese kann ein Teil des schweren Wassers in die Dampfphase übergehen und das CD_4 verunreinigen.

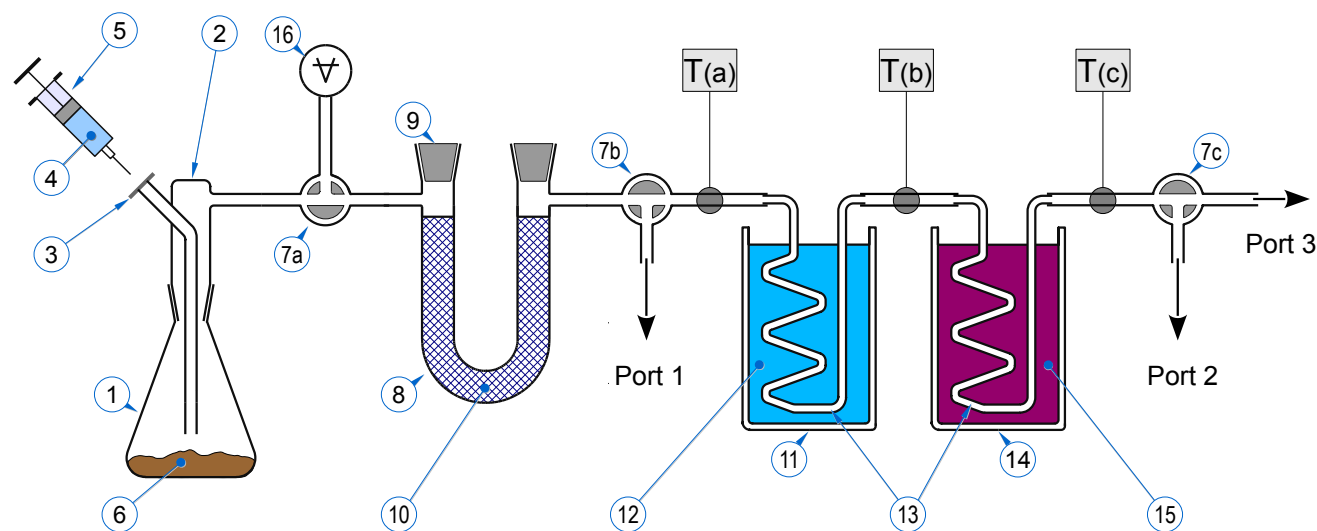


Abb. 8.5: Schematische Darstellung des Aufbaus zur Gassynthese und Aufbereitung

Der schematische Aufbau für die Gassynthese mit nachfolgenden Komponenten zur Reinigung ist in Abb. 8.5 dargestellt. Als Gasentwickler dient ein Erlenmeyerkolben (1) mit Normschliff sowie ein Glasaufsatz (2), wie er z.B. für Gaswaschflaschen verwendet wird. Um eine Flüssigkeit unter Luftabschluss injizieren zu können wird ein Septum (3) eingesetzt, das sich am Glasaufsatz befindet. Insofern die Gasentwicklung gestartet werden soll, wird das schwere Wasser (4) mit Hilfe der Spritze (5) über das Septum in den Erlenmeyerkolben zugeführt und vermischt sich mit dem Aluminiumcarbid (6). Das sich entwickelnde deuterierte Methan gelangt über den Dreiwegehahn (7a) zu einem U-Rohr (8) mit Verschlussstopfen (9). Darin befindet sich ein Trocknungsmittel (10), um einen wesentlichen Anteil von Feuchtigkeit aus dem Prozessgas zu binden. Über den Dreiwegehahn (7b) wird das Gas zu einer Kühlewanne geleitet, damit der restliche Anteil an Feuchtigkeit vollständig entzogen wird. Die Kühlewanne besteht aus einem Dewargefäß (11), das mit einer ausreichend kalten Flüssigkeit (12) gefüllt ist und in dem sich eine Kühlewanne (13) aus Kupferrohr befindet. Zur Thermalisierung nahe Raumtemperatur wird das gereinigte Prozessgas durch eine baugleiche, zweite Wendel geführt, die in einem Behälter (14) mit warmem Wasserbad (15) getaucht ist. Über den dritten Dreiwegehahn (7c) gelangt das Prozessgas schließlich zur Gasversorgungseinheit der PECVD-Anlage („Gas Enclosure Panel“, siehe Kapitel 4). Der Sensor (16) am Dreiwegehahn (7a) dient der Druckkontrolle, die drei optionalen Messpositionen T(a), T(b) und T(c) zur Überwachung der Gastemperatur. Zum Evakuieren und Spülen der Apparatur werden die drei Ports an den Dreiwegehähnen (7a) und (7b) verwendet; eine Beschreibung zum Ablauf erfolgt in nächsten Abschnitt.

8.3.2 Durchführung der CD₄-Synthese

Im Folgenden wird die praktisch durchgeführte Gassynthese geschildert, bei der im Vergleich zum vorherigen Abschnitt einige Modifikationen vorgenommen wurden. Der Aufbau in Abb. 8.5 ist prinzipiell für einen kontinuierlichen Syntheseprozess ausgelegt. Die geringe Menge an eingesetzten Edukten ermöglicht nur bedingt eine kontrollierte Gassynthese über eine lange Prozessdauer von bis zu 60 Minuten durchzuführen. Obwohl sich mit Hilfe der Spritze das schwere Wasser tropfenweise dosieren lässt, verläuft die exotherme Reaktion eher schubweise als kontinuierlich. Zunächst wurde versucht, ein bestimmtes Volumen mit einem Kolbenprober zu puffern, der sich an einem verfügbaren Port befand. Vorversuche mit Al₄C₃ und H₂O lieferten dabei die Erkenntnis, welche Gasausbeute zu erwarten wäre. Es stellte sich jedoch heraus, dass das Kolbenvolumen von üblicherweise 100 ml zu gering ausfiel, um eine ausreichende Pufferung bereitzustellen. Aus dem Grund wurde eine Ballonblase verwendet, die in einem raschen Reaktionsdurchlauf („Charge“) mit Prozessgas befüllt wurde.

In Abb. 8.6 sind die Bestandteile für die Gassynthese und nachfolgende Aufbereitung zu sehen. In dieser Darstellung ist die Synthese bereits erfolgt und die befüllte Ballonblase (7) an die Aufbereitungsapparatur angeschlossen. Die Durchführung samt Vorbereitung wird weiter unten erläutert.

Für die Synthese dient ein Erlenmeyerkolben (1), der ein Fassungsvermögen von etwa 250 ml besitzt und mittels Klemme am Stativ (2) befestigt ist. Oberhalb befindet sich ein Glasaufsatz (3) mit einem Septum (4) sowie zur rechten Seite einem Ausgangsstutzen (5) für die Gasentnahme. Beide Zugänge am Glasaufsatz besitzen eine gasdichte Gewindeverschraubung (Typ GL 14). Über eine Schliffklemme (6) wird der Glasaufsatz sicher mit dem Kolben fixiert. Die Zugabe des schweren Wassers erfolgt über eine Kunststoff-Einwegspritze (7) mit einer langen Kanüle (8).

Als „Sammelbehältnis“ wird eine Ballonblase⁴¹ (9) verwendet, die sich während der Gasentwicklung direkt an dem Ausgangsstutzen (5) befindet. Ein kapazitiver Drucksensor (10) „DI2000“ dient zur Kontrolle des Gasdrucks in einem Bereich zwischen 1 und 2000 mbar (Unter- und Überdruckmessung). Mit dem dazugehörigen Auswerteinstrument (11) „Membranovac DM12“ (Fa. Leybold/Oerlikon) lässt sich der Druck ablesen. In den abgebildeten Fläschchen (12) sind die Chemikalien enthalten, die für die Gassynthese eingesetzt wurden: links befindet sich deuterierte Schwefelsäure, mittig schweres Wasser und rechts Aluminiumcarbid.

Während des PECVD-Prozesses wird das synthetisierte Prozessgas von der Ballonblase (9) über einen Dreiwegehahn (13) zu einem U-Rohr geleitet. Diese Glasapparatur ist mit wasserfreiem Calciumchlorid (14) als Trocknungsmittel befüllt. Die Glasküken an beiden Zugängen dienen als Stopfen und Einweghähne. Nach der Vortrocknung gelangt das Prozessgas zu einer Kühlwendel (15) aus Kupferrohr mit 30 Windungen. Die Wendel ist etwa 185 mm hoch und hat einen äußeren Durchmesser von 40 mm, so dass sich eine effektive Kühlstrecke von rund 100 cm ergibt. Die Kühlwendel befindet sich in einem Dewargefäß (16), das mit Aceton und Trockeneis (Pulver oder „Schnee“) befüllt ist. Die Wendel stellt somit eine Kryofalle dar, die mittels Kältebad auf eine Temperatur von bis zu -78 °C gebracht wird. Auf diese Weise kann die restliche Feuchtigkeit (D₂O) und ggf. ein ähnlich flüchtiger Syntheserückstand aus dem Gasstrom im Inneren der Kühlwendel gebunden werden. Im Fall des deuterierten Methans mit einem Kondensationspunkt von -161 °C (Standardbedingung) geschieht dies hingegen nicht. Das gereinigte Prozessgas wird schließlich durch eine weitere Kupferrohrwendel (17) geleitet. Sie ist baugleich zur ersten Ausführung und taucht in ein Wasserbad, das annähernd Raumtemperatur besitzt. Dies gewährleistet, dass das hindurchströmende Prozessgas unter geeigneten Bedingungen zur Gasversorgungseinheit bzw. in den Massenflussregler eingeleitet wird. Zur Höhenpositionierung des Wasserbadgefäßes (18) wird eine Laborhebebühne (19) eingesetzt. Die Verwendung der Ports am Dreiwegehahn (11) und (20) wird im Rahmen der noch folgenden Durchführung beschrieben.

41 Material: Latex, ähnlich Fußballblase

Vorbereitung und Aufbau der Gassyntheseapparatur

Beide Wendeln wurden mit Unterstützung der Mechanischen Werkstatt (IKP) gefertigt und bestehen aus weich gegläutem Kupferrohr mit einem Innendurchmesser von 4 mm bei einer Wandstärke von 1 mm. Vor dem Einsatz wurden die Wendeln soweit erhitzt, dass sich durch den Luftsauerstoff eine Kupferoxidschicht bildete – außen wie auch an der Innenwand. Mit verdünnter Salzsäure wurde diese Oxidschicht wieder entfernt, so dass jegliche Verunreinigungen im Rohrinernen vollständig entfernt werden konnten. Abschließend erfolgte eine äußerliche Reinigung sowie ein Nachspülen des Kupferrohrs mit entionisiertem Wasser, Aceton und trockenem Stickstoffgas.

Alle eingesetzten Glasgegenstände wurden im Ultraschallbad gereinigt, mit entionisiertem Wasser und Isopropanol gespült und bei ca. 100 °C für mindestens 1 Stunde getrocknet. Als Schlauchmaterial wurde medizinisches Silikon verwendet, das nur mit Isopropanol und trockenem Stickstoffgas gespült wurde. Für den Silikonschlauch wurde ein Innendurchmesser von 5 mm gewählt, so dass für einen sicheren Halt keine Hilfsmittel wie Schlauchschellen notwendig waren. Unter anderem für die gasdichte Verbindung der Normschliffe wurde nur in geringer Menge ein Hochvakuumfett namens „Lithelen“ (Fa. Leybold/Oerlikon) verwendet.

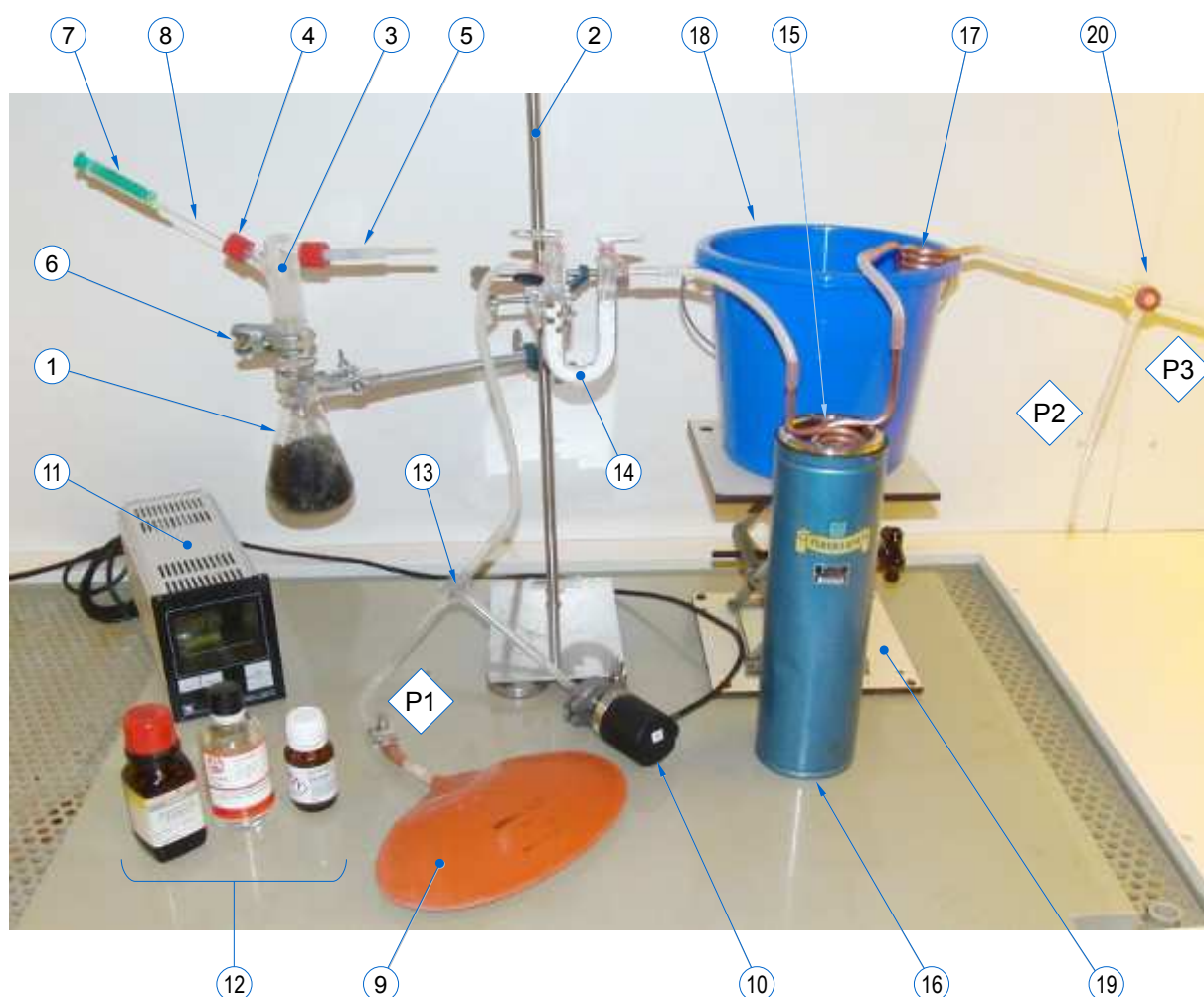


Abb. 8.6: Ansicht des Aufbaus zur Gassynthese und Aufbereitung

Vor Durchführung der Prozessgassynthese wurde die gesamte Apparatur in Anlehnung zur sog. Schlenktechnik⁴² präpariert (noch ohne Kältebad). Hierfür wurde die Apparatur abwechselnd evakuiert und mit einem geeigneten Gas gespült, um flüchtige Rückstände und Restfeuchtigkeit zu entfernen. Ausgehend von der Abb. 8.6 war zu dem Zweck die Ballonblase (7) an dem Port (P2) angesetzt, während sich der Port (P1) am Ausgangsstutzen (5) befand. Anstelle des Septums (4) wurde ein Zugang mit Dosierventil für das Spülgas installiert. Dieser Apparaturaufbau wurde zunächst mit einer Heißluftpistole vorsichtig erwärmt und über den Port (P3) mit Hilfe der PECVD-Anlage evakuiert (via MFC #8, Standardprozessgas: CH₄). Bei Erreichen eines Drucks $p < 10$ mbar wurde der Port (P3) geschlossen und über das Dosierventil langsam trockenes Argongas⁴³ bis Atmosphärendruck eingeleitet. Zur Kontrolle des Evakuier- und Spülvorgangs diente der Drucksensor (8). Dieser Vorgang wurde wiederholt, beim dritten Durchlauf wurde die gesamte Apparatur mit Deuteriumgas⁴⁴ gespült.

Danach wurde die Ballonblase vom Port (P2) entfernt und dabei ein kleines Ventil an dieser geschlossen. Der Erlenmeyerkolben wurde zügig mit 5 g Aluminiumcarbid befüllt und das Septum (4) installiert. Um das pulverförmige Edukt zu entgasen, wurde die Apparatur wie zuvor evakuiert, das Spülen mit Deuteriumgas erfolgte jedoch über den Port (P2). Zuletzt wurde am Ausgangsstutzen (5) der Port (P1) wieder entfernt bzw. der dazugehörige Silikonschlauch abgeklemmt und die Ballonblase angeschlossen.

Durchführung der Gassynthese und Aufbereitung

Von dem schweren Wasser wurden 10 g in ein Becherglas abgewogen (Überschuss) und mit einigen Tropfen deuterierter Schwefelsäure versetzt. Wird keine (Schwefel-)säure verwendet, tritt die Reaktion deutlich verzögert oder nur unter Hitzeeinwirkung ein. Bei Vorversuchen hatte sich gezeigt, dass durch das „Ansäuern“ die Reaktion schon bei Raumtemperatur rasch einsetzte und gleichmäßiger verlief. Auch aufgrund des hohen Dampfdrucks der Schwefelsäure wird eine Kontamination des erzeugten Methan minimiert. Das angesäuerte schwere Wasser wurde in einem Exsikkator entgast, der danach mit Argon belüftet wurde. Die Flüssigkeit wurde zügig in eine 20 ml-Einwegspritze (7) aufgezogen und über das Septum in den Erlenmeyerkolben gegeben. Innerhalb von einigen Minuten füllte sich die angeschlossene Ballonblase mit CD₄. Während der Zugabe wurde darauf geachtet, dass die exotherme Reaktion nicht zu intensiv ablief, um Kontaminationen durch verdampfendes D₂O zu reduzieren.

Nach Ablauf der Reaktion wurde die befüllte Ballonblase vom Ausgangsstutzen abgenommen und unter minimalem Ausströmen des Gases an den Port (P1) angesetzt; der Dreiwegehahn (11) war für diesen Port noch geschlossen. In das Dewargefäß (16) wurde eine ausreichende Menge Aceton gefüllt. Portionsweise wurde pulverförmiges Trockeneis zugegeben bis das Acetonbad annähernd die gleiche Temperatur besaß wie das Trockeneis; die Kontrolle erfolgte visuell wie auch mittels Kontaktthermometer. Danach wurde das deuterierte Methan über den geöffneten Dreiwegehahn (11) durch die Apparatur geleitet, wie in Abb. 8.6 gezeigt. Die Ballonblase wurde in einem solchen Maße beschwert, um einen absoluten Druck von etwa 1200 mbar in der Apparatur zu erhalten.

Verwendete Chemikalien:

- Aluminiumcarbid, Al₃C₄
chemisch rein; CAS-Nr. 1299-86-1; Fa. SCS GmbH, Bonn; Art.-Nr. 02710
- deuteriertes/schweres Wasser, D₂O
99,9 Atom% D; d=1,107; CAS-Nr. 7789-20-0; Fa. Aldrich Chemical Company Inc./USA
- deuterierte Schwefelsäure, D₂SO₄ („Sulfuric acid-d₂, 97 %, ± 1 % solution in D₂O“)
99,6+ Atom% D, MW=100,09; d=1,87; CAS-Nr. 13813-19-9; Fa. Acros Organics

42 nach dem dt. Chemiker Wilhelm Schlenk

43 Reinheit: 5.0

44 Reinheit: 3.0

8.3.3 Durchführung des PECVD-Prozesses mit CD₄

Über den Massenflussregler MFC #8 wurde das gereinigte Prozessgas schließlich in die Prozesskammer geleitet. Bei geringem Massenfluss (1 bis 5 sccm) wurde mit einem Massenspektrometer beobachtet (Abschnitt 4.74), ab welchem Zeitpunkt das deuterierte Methan in den Rezipienten trat. Zunächst konnte noch restliches Deuteriumgas festgestellt werden, das sich durch den letzten Spülvorgang in der Zuleitung befand. Nach wenigen Minuten war im Massenspektrum nahezu nur reines CD₄ zu beobachten und der Massenfluss wurde gestoppt. Es folgte der PECVD-Prozess wie in Abschnitt 8.2 beschrieben. Als Substrat wurde ein Silizium-Wafer verwendet. Die Prozessdauer betrug 40 min., um eine angestrebte Schichtdicke von etwa 500 nm zu erhalten, vgl. Tabelle 9.1.

8.4 Präparation von freitragenden Targets

In diesem Abschnitt wird die Präparation von freitragenden Targets beschrieben, wie sie insbesondere für Laser-Ionen-Experimente eingesetzt werden können und auch im Rahmen der vorliegenden Arbeit erfolgreich demonstriert wurde. Dazu war es notwendig, eine DLC-Beschichtung von einem Substrat abzulösen und auf einem geeigneten Trägerrahmen zu positionieren.

8.4.1 Herstellung von dünnen Folien aus DLC

Ein relevanter Aspekt zur Präparation von freitragenden Targets war die Gewinnung von dünnen Folien aus DLC-Material mit einer Schichtdicke von z.B. 100 bis 1000 nm. Einerseits war es dafür erforderlich, dass die DLC-Schicht während des Plasmaprozesses auf einem Substrat gut haftete, sich jedoch andererseits danach schnell und zuverlässig ablösen ließ.

Die sog. Aufschwemm-Methode (engl. floating) bietet einen grundlegenden Ansatz für diese Aufgabenstellung, um dünne Folien zu gewinnen: Eine Unterlage (z.B. Substrat) wird dazu mit einer geeigneten Trennschicht versehen, je nach Verfahren beschichtet und die Trennschicht durch ein Lösungsmittel wieder entfernt. Die beschichtete Unterlage wird danach gleichmäßig in ein Bad aus Lösungsmittel eingetaucht, meist unter einem Winkel von 135° zwischen Beschichtung und Badoberfläche. Sobald sich das Trennmittel im Bad gelöst hat, verliert die Beschichtung ihre Haftung und kann sich von der Unterlage separieren. Bei ausreichend hoher Oberflächenspannung und ggf. geringer Dichte schwimmt die Beschichtung als Folie auf dem Bad und lässt sich z.B. mit Hilfe eines Trägermaterials „herausschöpfen“. Alternativ zur Eintauchmethode kann das Substrat zunächst mittels Gestell in einem leeren Gefäß platziert werden. Durch Eingießen des Lösungsmittels erhöht sich allmählich der Oberflächenspiegel, so dass sich die Folie zunehmend ablösen kann, siehe z.B. [Tebartz, 2016]. Der gewählte Winkel und die Geschwindigkeit des Ablösevorgangs stellen bereits einflussreiche Parameter für die Qualität der Folien dar. Ein bedeutsames Kriterium ist vor allem die Wahl einer geeigneten Trennschicht, die sich mit einem dazu passenden Lösungsmittel wieder entfernen lässt – ohne dabei die Beschichtung zu beeinträchtigen!

Folgende Materialien wurden für eine geeignete Trennschicht erprobt, wobei als Unterlage bzw. Substrat entweder Silizium-Wafer oder in einigen Fällen auch Objektträger aus Glas verwendet wurden:

Organische Trennschichten:

In der Arbeit [Tebartz, 2016] wird für die gewünschte Separation ein „kommerziell erhältliches Reinigungsmittel“ verwendet, das wasserlösliche Tenside enthält. Eine Unterlage (Glas) wird in eine entsprechend verdünnte Lösung getaucht. Nach dem Trocknen verbleibt ein sehr dünner Film, der im Rahmen jener Arbeit mit einem Polymer mittels sog. (engl.) spin-coating beschichtet wurde. Die oben beschriebene Aufschwemm-Methode wurde schließlich mit einem Wasserbad durchgeführt.

In [Stolarz, 2014] wird berichtet, dass eine spezielle duftarme Flüssigseife namens „Lensodel“ als wasserlösliches Trennmittel eingesetzt wird, um freistehende Kupferfolien herzustellen. Erstmals wird diese Anwendung in [Maier-Komor, 1972] erwähnt. Hierfür wird die Flüssigseife mit einem sauberen Tuch auf ein Glassubstrat gerieben und getrocknet. Danach kann die Oberfläche mit Hilfe des thermischen Verdampfens mit einem Metall beschichtet werden, das sich als Folie in einem Wasserbad ablösen lässt. In beiden zuletzt genannten Quellen wird auch erwähnt, dass sich eine Mischung aus Saccharose und Betain (quartäre Ammoniumverbindung mit drei CH_3 -Gruppen) für solche Zwecke eignet.

Prinzipiell gäbe es noch weitere organische Trennmittel, die sich in einem polaren oder unpolaren Flüssigkeitsbad lösen ließen. Allerdings zeigte sich bei Versuchen mit DLC-Beschichtungen recht schnell, dass die bereits aufgeführten Trennmittel nicht geeignet waren. Während z.B. beim PVD-Verfahren nur eine moderate thermische Belastung auf das Substrat und organische Trennmittel vorkommt, wirken bei einem Plasmaprozess reaktive Teilchen und energiereiche Ionen auf die Oberfläche ein. Dies führt zu chemischen Modifikationen des Trennmittels und einem störenden Schichtwachstum. Auch lokal auftretende pyrolytische Reaktionen können an solchen Veränderungen beteiligt sein.

Anorganische Trennschichten:

In [Stolarz, 2014] wird die Verwendung von diversen Halogeniden erwähnt. Insbesondere in Arbeiten wie [Jung, 2012] wird Natriumchlorid als Trennmittel eingesetzt, um kohlenstoffreiche DLC-Schichten im Wasserbad separieren zu können. Das Salz wird mittels PVD-Verfahren auf das gewünschte Substrat aufgebracht. Die beschichtbare Oberfläche weist dadurch eine höhere Rauheit auf als z.B. ein darunter liegender Wafer, ist im Vergleich zu organischen Trennmitteln jedoch deutlich temperaturstabiler. Bei den durchgeführten Plasmaprozessen ergaben sich allerdings bei diesem Trennmittel unerwünschte Reaktionen. Die resultierende DLC-Schicht war sichtbar rau, bräunlich verfärbt und zerfiel beim Aufschwemmen in kleinere Fragmente.

Zahlreiche Anwendungsfelder von DLC-Beschichtungen zielen darauf ab, eine belastbare und beständige Haftung auf einem Trägermaterial herzustellen. Auf Substraten wie Silizium (Wafer) haftet eine DLC-Schicht naturgemäß recht gut, bei Metallen ist dies bekanntlich nur mäßig der Fall. Es wird daher intensiv erforscht, mit welchen Schichten sich DLC auf einem Untergrund wie Titan oder Stahl stabil abscheiden und dauerhaft nutzen lässt; z.B. wird in [Peng et al., 1998] eine dünne Aluminiumschicht zur Haftvermittlung genutzt.

Davon ausgehend wurde im Rahmen dieser Arbeit erprobt, inwiefern sich u.a. Aluminium und Kupfer als dünne, metallische Trennschicht eignen würden. Im ersten Schritt wurden dazu Substrate aus Glas und Silizium mittels PVD-Verfahren mit einer solchen Metalloberfläche versehen. Beim nachfolgenden Plasmaprozess konnten erfolgreich stabile und homogene DLC-Schichten erzielt werden, siehe Abb. 8.7a. Abweichend von der gängigen Aufschwemm-Methode sollte in einem dritten Schritt die metallische Trennschicht mit einem geeigneten Ätzmedium entfernt werden. Der Fokus lag bei der Entfernung einer Kupferschicht, wofür sich z.B. eine Lösung aus Eisen-(III)-Chlorid anbietet. Eine reine Lösung, wie sie z.B. für die Platinenherstellung genutzt wird, bewirkt überwiegend einen anisotropen Ätzabtrag, um ein Unterätzen der Ätzmaske zu minimieren. Eine solche Unterätzung war für eine rasche Separation der DLC-Beschichtung jedoch erwünscht. In [KöhlerM, 1998] wird darauf hingewiesen, dass bei Zugabe von Salzsäure eine isotrope Ätzung forciert wird.

Wie in Abb. 8.7b zu sehen, gelang die Separation einer DLC-Schicht mit einem Ätzbad aus Eisen-(III)-Chlorid und verdünnter Salzsäure (auf dem Foto im Wasserbad klargespült). Die aufschwimmende DLC-Folie neigte jedoch dazu, sich schon während des Ätzabtrags zusammen zu rollen. Dies wirkte sich ungünstig für eine weitere Präparation aus, zudem waren auch die mechanischen Eigenschaften nicht überzeugend (mechanische Stabilität). Im Falle von Aluminium ergaben sich ähnliche Makel.

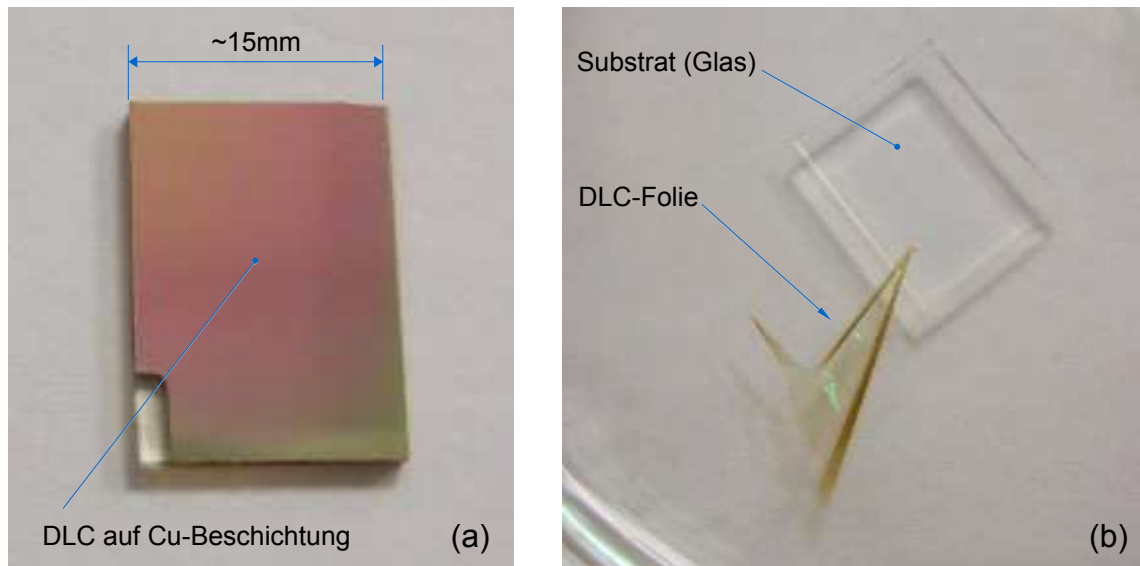


Abb. 8.7: (a) Glassubstrat mit Cu und DLC beschichtet, (b) separierte DLC-Folie nach Ätzabtrag von Cu-Beschichtung

Native Trennschicht

Nachdem etliche Versuche mit diversen Trennmitteln negative oder bestenfalls mäßige Resultate lieferten, wurde schließlich jenes Material als Trennschicht genutzt, das auf einem Silizium-Wafer stets vorhanden ist: eine native Schicht aus Siliziumdioxid. Diese Oxidschicht bildet sich bereits bei Raumtemperatur unter Einwirken von Luftsauerstoff auf einem Silizium-Wafer und ist typischerweise 3 nm bis 7 nm dick [Albers, 2006]. In der Halbleiterfertigung ist die natürlich gewachsene Oxidschicht unerwünscht, da sie mitunter keine definierte Schichtdicke besitzt. Vor einem Prozessstart wird sie deshalb mittels verdünnter Flusssäure entfernt. Der Einsatz einer solchen Säure stellte sich als eine effektive Methode heraus, um eine DLC-Beschichtung zuverlässig von einem Silizium-Wafer zu separieren und wird im nächsten Abschnitt erläutert.

8.4.2 Herstellung von freitragenden Targets

Wie in Abschnitt 8.2 erwähnt wird das Substrat vor der DLC-Beschichtung mit einem Ionenätzprozess behandelt, um vor allem organische Rückstände und Restfeuchtigkeit zu entfernen. Wie sich aus [KöhlerM, 1998] entnehmen lässt, ist die Ätzrate für Siliziumdioxid bei einem solchen Sputterätzen äußerst gering, so dass die native Schicht überwiegend erhalten bleibt. In jedem Fall ist die Oxidschicht dünn genug, damit das DLC-Material während der Beschichtung gut haftet und homogen wächst. Sie sollte jedoch ausreichend dick sein, um als Trennschicht und Barriere zwischen Wafer und DLC-Schicht zu fungieren.

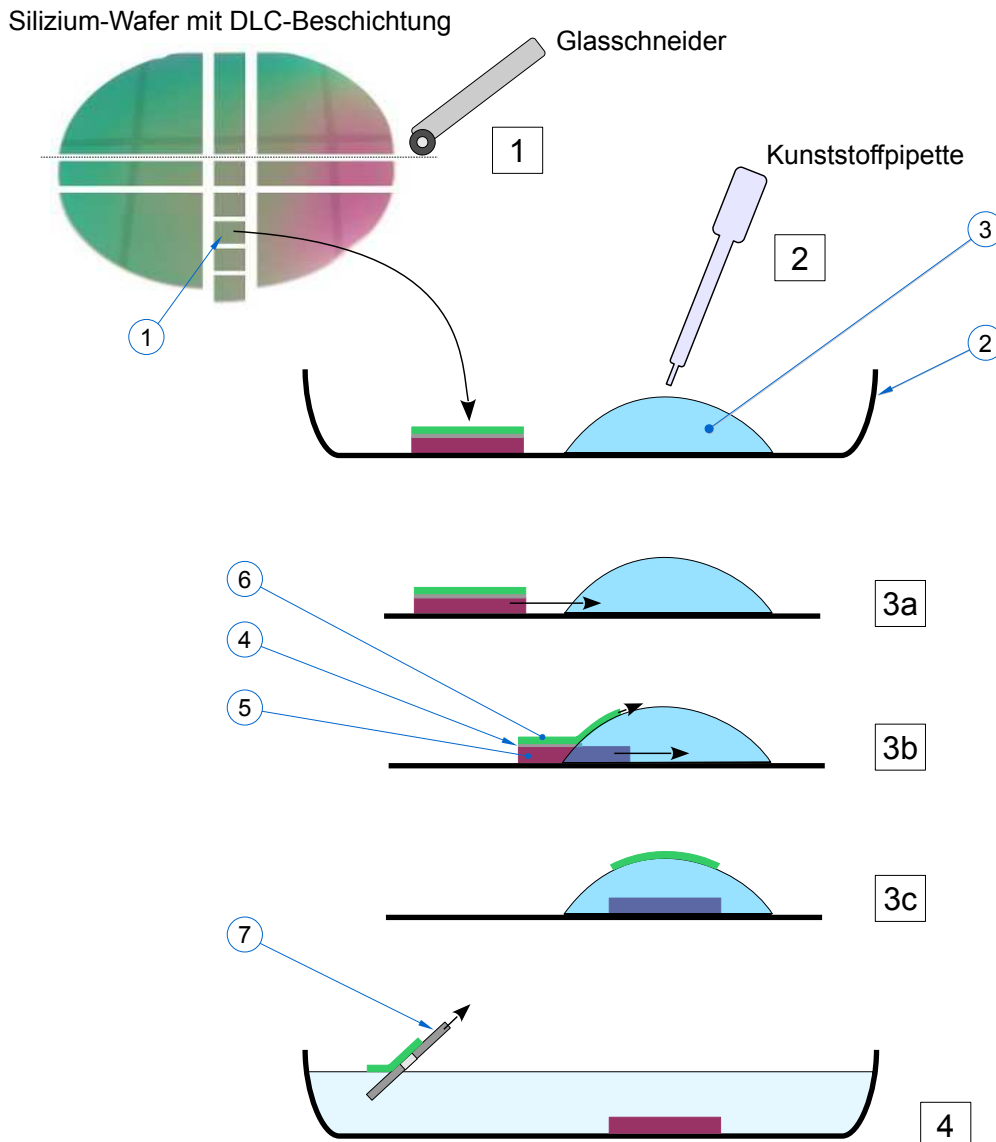


Abb. 8.8: Separation einer DLC-Schicht von Si-Wafer mittels Flusssäure

In Abb. 8.8 wird schematisch die Vorgehensweise zur Separation einer DLC-Schicht dargestellt:

Im Schritt |1| wird mit einem Glasschneider durch Anritzen und geschicktes Brechen ein rechteckiges Materialstück (1) aus dem Silizium-Wafer entnommen; empfehlenswert ist eine Kantenlänge zwischen fünf und zehn Millimetern.

Im Schritt |2| wird dieses Materialstück in eine Schale (2) platziert, die gegenüber Flusssäure beständig sein muss (Kunststoff, vorzugsweise PTFE). Mit Hilfe einer geeigneten Kunststoffpipette wird behutsam eine ausreichende Menge (3) an konzentrierter Flusssäure neben das Waferstück gegeben. Wichtig ist, dass dieser Tropfen oder „Flüssigkeitsberg“ von der horizontalen Fläche ausreicht, um das Waferstück nachher komplett bedecken zu können. Außerdem sollte der Rand dieses Tropfens zum Materialstück hin möglichst begrenzt sein. Zu beachten ist auch der sorgfältige Umgang mit Flusssäure (HF-Säure), da diese nicht nur ätzend ist, sondern auch insbesondere bei Hautkontakt hochgiftig! Daher ist ein Arbeiten unter einem Abzug mit entsprechender Schutzkleidung sehr zu empfehlen. Zudem sollte die Menge (3) nicht größer gewählt werden als notwendig ist.

Im Schritt |3a| wird das Waferstück gleichmäßig innerhalb einer Sekunde in die Flüssigkeitsmenge (3) bewegt, z.B. mittels Kunststoffpinzette. Die HF-Säure greift an der freiliegenden Kontaktstelle nur das Siliziumdioxid (4) an und bringt es in Lösung. Das Silizium (5) und die DLC-Schicht (6) sind hingegen chemisch inert, was dieser Separationsmethode entgegenkommt. Wie im Schritt |3b| zu erkennen, löst sich die DLC-Schicht an der freiliegenden Ätzfront und schwimmt auf der Flüssigkeitsmenge (3). Wenn das Waferstück komplett mit dieser Menge benetzt ist, wird die DLC-Schicht (6) unter Einwirkung der Oberflächenspannung vollständig „abgeschält“ und schwimmt oberhalb, skizziert im Schritt |3c|. Bei der Entwicklung der Separationsmethode wurde festgestellt, dass das Siliziumdioxid sich zwar auch sofort wegätzen lässt, wenn das Waferstück umgehend in HF-Säure gegeben wird. Allerdings haftet die DLC-Schicht sehr häufig durch Adhäsion an der Waferoberfläche und lässt sich nur äußerst schwer zerstörungsfrei ablösen. Der „Abschälteffekt“ läuft hingegen stets zuverlässig ab und die (ultra-)dünne DLC-Folie wird mitunter nicht unnötig gedehnt.

Im letzten Schritt |4| wird reichlich Wasser in die Schale gegeben, um die HF-Säure auf ein unkritisches Niveau zu verdünnen. Die freiliegende DLC-Folie kann schließlich analog zur Aufschwemm-Methode herausgeschöpft werden – beispielsweise mit einem flachen Trägerrahmen (7), der bereits eine Bohrung für ein Laser-Ionen-Experiment aufweist.

8.4.3 Präparation von Targets

Um dünne Folien als Targets für die lasergetriebene Ionenbeschleunigung und ähnliche Anwendungsfelder bereitzustellen, werden freistehende Flächen benötigt, die von beiden Seiten zugänglich sind. Für diesen Zweck wird häufig ein Targethalter verwendet, wie er in Abb. 8.9 anhand einer Explosionszeichnung illustriert ist. Der Montagerahmen (1) besteht aus dünnem Aluminiumblech ($a=25\text{ mm}$, $b=10\text{ mm}$) und dient zur einfachen Handhabung und Installation eines Targetmaterials, insbesondere in einem Experimentaufbau. Das Targetmaterial, wie z.B. eine dünne DLC-Folie (2), wird zur Stabilisierung auf eine ausreichend dicke Trägerfolie (3) fixiert, die mit einer Bohrung (4) versehen ist. Das (ultra-)dünne Targetmaterial sollte diese Bohrung möglichst homogen und plan überspannen, damit der Laser auf eine definierte Position fokussiert werden kann (Durchmesser: einige Mikrometer). Dabei sollte die frei zugängliche Fläche groß genug sein, auf dass der eintreffende Laserpuls nur mit dem Targetmaterial wechselwirkt und nicht in unerwünschter Weise mit dem umliegenden Rahmen; dies gilt auch für den resultierenden Ionenstrahl aus der Rückseite. Der Durchmesser der Bohrung bzw. der freistehenden Folie sollte jedoch nicht zu groß gewählt werden, ansonsten verliert die Folie an Stabilität oder wird durch äußere Krafteinwirkung zu stark belastet. Für Experimente zur Untersuchung des TNSA- oder BOA-Mechanismus genügen bereits kreisrunde Durchmesser ab $500\text{ }\mu\text{m}$ völlig.

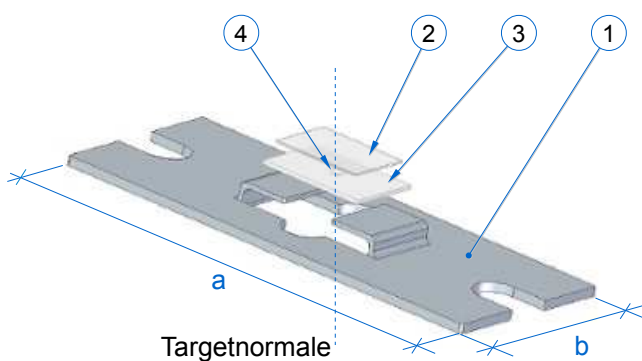


Abb. 8.9: 3D-Darstellung Targethalterung

Als geeignete Materialien für die Trägerfolie wurden dünne Metallbleche oder Kunststofffolien mit einer Materialstärke von $100\text{ bis }200\text{ }\mu\text{m}$ verwendet, die je nach Präparation eine Kantenlänge von $5\text{ bis }10\text{ mm}$ besaßen und ggf. auf den Montagerahmen angepasst wurden. Im Targetlabor wurden mittels Laserschneiden (fs-Pulse) Kreisausschnitte mit einem Durchmesser von $500\text{ bis }1000\text{ }\mu\text{m}$ in die Trägerfolie eingebracht. Im nächsten Schritt folgten Versuche, mit welcher Methode die gewonnenen DLC-Folien möglichst einfach und plan über diesen Kreisausschnitt positioniert werden konnten.

Für diese Versuche wurde zunächst die DLC-Folie mittig über der Bohrung aufgelegt und mit einem Klebstoff auf der Trägerfolie fixiert: entweder punktuell an den Rändern der DLC-Folie oder minimal flächig zwischen beiden Folien. Erprobt wurde u.a. ein Klebstoff auf Acrylatbasis („Sekundenkleber“), der nach etwa einer Minute die Folie fixierte sowie eine UV-aushärtende Substanz, bei der dies innerhalb weniger Sekunden geschah. Es stellte sich heraus, dass es teils recht zeitaufwendig und kaum reproduzierbar war, eine DLC-Folie plan über der Bohrung zu positionieren. Spätestens nach Aushärten des Klebstoffes verblieben oft kleine Falten oder Wellen auf der Oberfläche der DLC-Folie.

Da die hergestellten DLC-Folien aufgrund ihrer Ebenmäßigkeit eine gute Adhäsion aufwiesen, wurde alternativ erprobt, ob sie sich auch ohne Klebstoff auf einem geeigneten Trägeruntergrund eben auslegen und fixieren ließen. Dazu wurden diverse Folienmaterialien getestet, die eine Rauheit im Mikrometermaßstab besaßen. Der Ansatz war, die DLC-Folie mit etwas Flüssigkeit (Wasser) aufzulegen, so dass die auftretenden Kapillarkräfte die Folie während des Trocknens gleichmäßig u.a. zum Rand hin plan zogen.

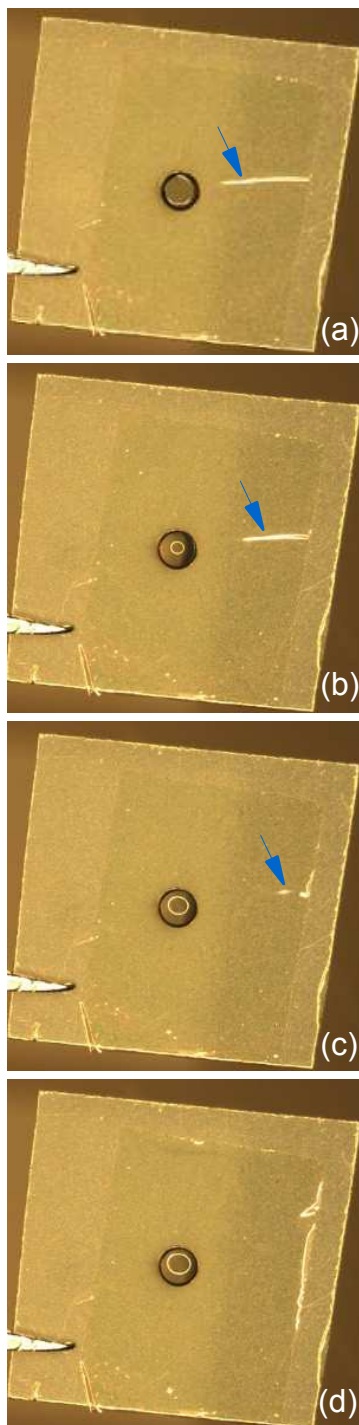


Abb. 8.10: Trocknungsverlauf bei DLC-Folie auf Trägerfolie

Mit einer geeigneten Trägerfolie lieferte dieser Ansatz in der Tat das gewünschte Ergebnis. Abb. 8.11a zeigt in siebenfacher Vergrößerung eine Trägerfolie, auf der eine DLC-Folie auch nach dem Trocknungsvorgang plan aufliegt. Die Trägerfolie besteht aus Polyethylen und erscheint opak, da sie zur sichtbaren Seite eine raue Oberflächenstruktur besitzt. Eine Flüssigkeit (Wasser) zwischen der Träger- und DLC-Folie kann durch diese Struktur allmählich entweichen. Wenn sich der Abstand des Flüssigkeitsfilms verringert, nehmen die Kapillarkräfte zwischen den Folien zu und das dünne DLC-Material wird plan und gleichmäßig auf die Polyethylenfolie gespannt; in Abb. 8.11a ist dies durch die vier schwarzen Doppelpfeile angedeutet. In Abb. 8.11b ist in 40facher Vergrößerung gut zu erkennen, dass die DLC-Folie auch in der freistehenden Fläche des Kreisausschnitts ebenmäßig ist (Durchmesser: ca. 500 μm). In den vier Abbildungen 8.10a-d wird eine zeitliche Abfolge des Trocknungsvorgangs wiedergegeben, die typischerweise innerhalb von etwa 15 bis 20 Sekunden abläuft. Wie mit dem blauen Pfeil markiert, kann es vorkommen, dass sich anfangs noch eine Falte in der DLC-Folie befindet. Mit zunehmender Verringerung des Flüssigkeitsfilms während den Trocknungsvorgangs schmiegt sich die DLC-Folie in gleichem Maße an die Trägeruntergrund an und wird dabei gestrafft. Innerhalb des Kreisausschnitts ist auch der jeweils verbleibende Flüssigkeitsanteil zu erkennen.

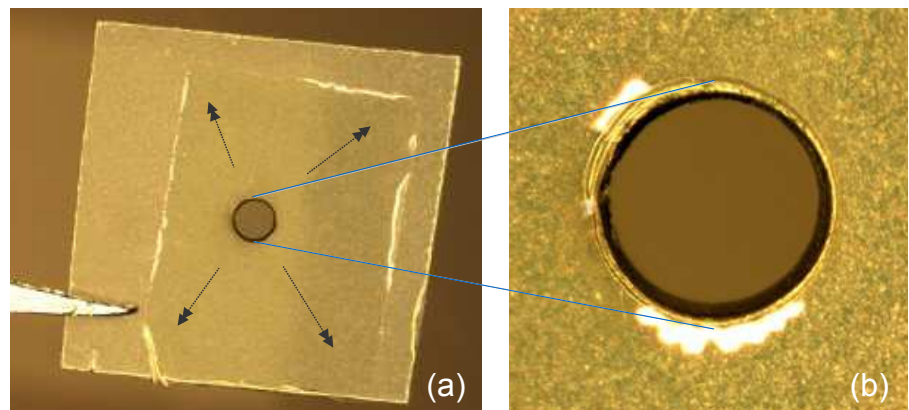


Abb. 8.11: Lichtmikroskop-Aufnahme von DLC-Folie auf Trägerfolie nach Trocknung: (a) freistehend über Kreisausschnitt, (b) Detailsicht

Es stellte sich bei den Versuchen heraus, dass die Adhäsion ausreichend hoch war, um die DLC-Folie auch ohne die Verwendung von Klebstoff dauerhaft zu fixieren. Dieser war nur für die Fixierung der Trägerfolie mit DLC-Material auf dem Montagerahmen notwendig (ggf. wurde diese Folie zuvor passend zugeschnitten).

In den Abb. 8.12a und 8.12b ist eine freitragende DLC-Folie nach dem oben erwähnten Trocknungsvorgang zu sehen. Die Folie befindet sich auf einem Trägermaterial aus Polyethylen mit einer Materialstärke von etwa $100\text{ }\mu\text{m}$. Die Aufnahmen erfolgten mit einem Rasterelektronenmikroskop⁴⁵ (kurz: REM), um eine detaillierte Ansicht und Beurteilung der Ebenmäßigkeit bzw. Rauheit zu erhalten. In Abb. 8.12a ist der gesamte Kreisausschnitt in 100facher Vergrößerung erkennbar, der einen Durchmesser von etwa $500\text{ }\mu\text{m}$ besitzt. Der Rand ist nicht scharf begrenzt, sondern durch das Laserschneiden minimal aufgeschmolzen und an manchen Stellen inhomogen verrundet. Um teils auch eine Detailansicht der DLC-Folie im Querschnitt zu erhalten, wurde am oberen rechten Rand des freistehenden Bereichs ein feiner Riss absichtlich eingebracht. In Abb. 8.12b wird eine entsprechende Detailansicht in 1000facher Vergrößerung wiedergegeben (Bild ist um 90° nach links gedreht). Im oberen Bildbereich ist gut zu erkennen, dass die DLC-Folie sehr eben ist und eine Rauheit besitzt, die im Submikrometerbereich liegt. Bei dieser sichtbaren Fläche handelt es sich um die Oberseite der DLC-Schicht. Es ist davon auszugehen, dass die untere Oberfläche – die einer Abformung des Silizium-Wafers entspricht – mindestens die gleiche minimale Rauheit aufweist.

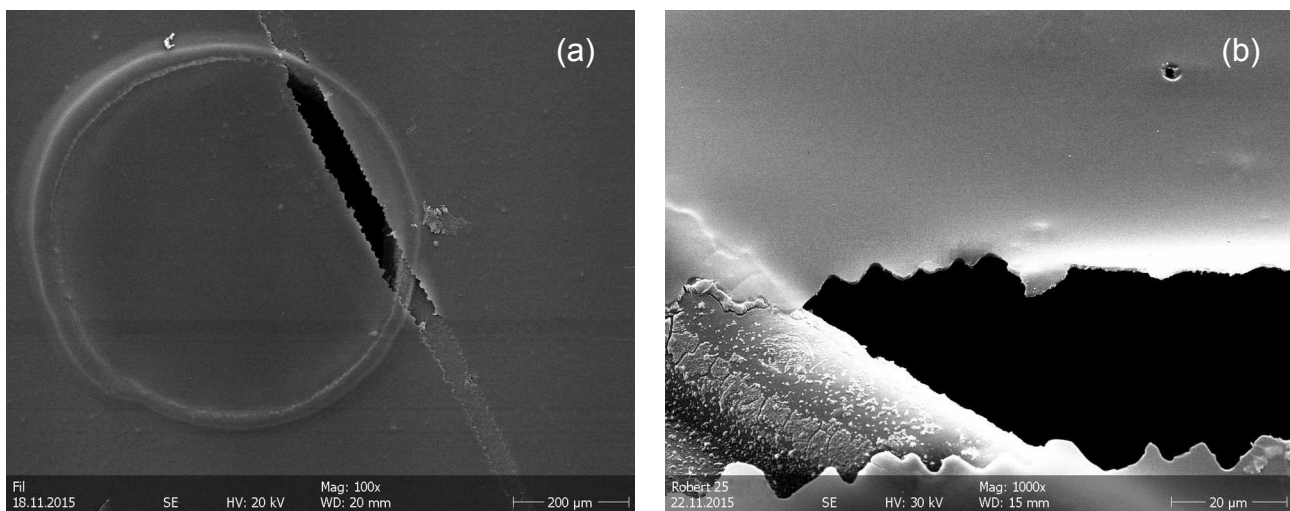


Abb. 8.12: REM-Aufnahme von DLC-Folie auf Trägerfolie: (a) freistehend über Kreisausschnitt (100fache Vergrößerung), (b) Detailansicht der DLC-Folie, u.a. im Querschnitt (1000fache Vergrößerung)

Eine Charakterisierung der DLC-Schichten wie z.B. zur Schichtdickenmessung und Bestimmung der chemischen Zusammensetzung erfolgt in Kapitel 9.

⁴⁵ Die Probe wurde hierfür mittels sog. sputter-coating mit einer Goldschicht von wenigen Nanometern versehen, um elektrostatische Aufladungen zu reduzieren.

9. Charakterisierung des Targetmaterials

In diesem Kapitel werden Methoden zur Charakterisierung der hergestellten DLC-Beschichtungen geschildert. Mittels Rasterkraftmikroskopie wurde die Materialschichtdicken bestimmt, um beispielsweise eine mittlere Beschichtungsrate eines PECVD-Prozesses zu erhalten (Abschnitt 9.1). Mit Hilfe der Ionenstrahlanalyse wurde zudem die chemische Zusammensetzung von deuteriertem DLC-Material untersucht (Abschnitt 9.2). Ergänzend erfolgte während einer Experiment-Kampagne eine Erprobung von präparierten Targets (Abschnitt 9.3).

Mit Hilfe eines Rasterkraftmikroskops (engl. **atomic force microscope**, kurz: **AFM**) lässt sich die Oberflächenstruktur bis in den Nanometerbereich abtasten. Auf diese Weise ist es nach einem DLC-Plasma-prozess möglich, die Homogenität eines beschichteten Substrates und die mittlere Beschichtungsrate⁴⁶ nach einem DLC-Plasmaprozess zu ermitteln. Des Weiteren lässt sich die Rauheit einer Oberfläche bewerten.

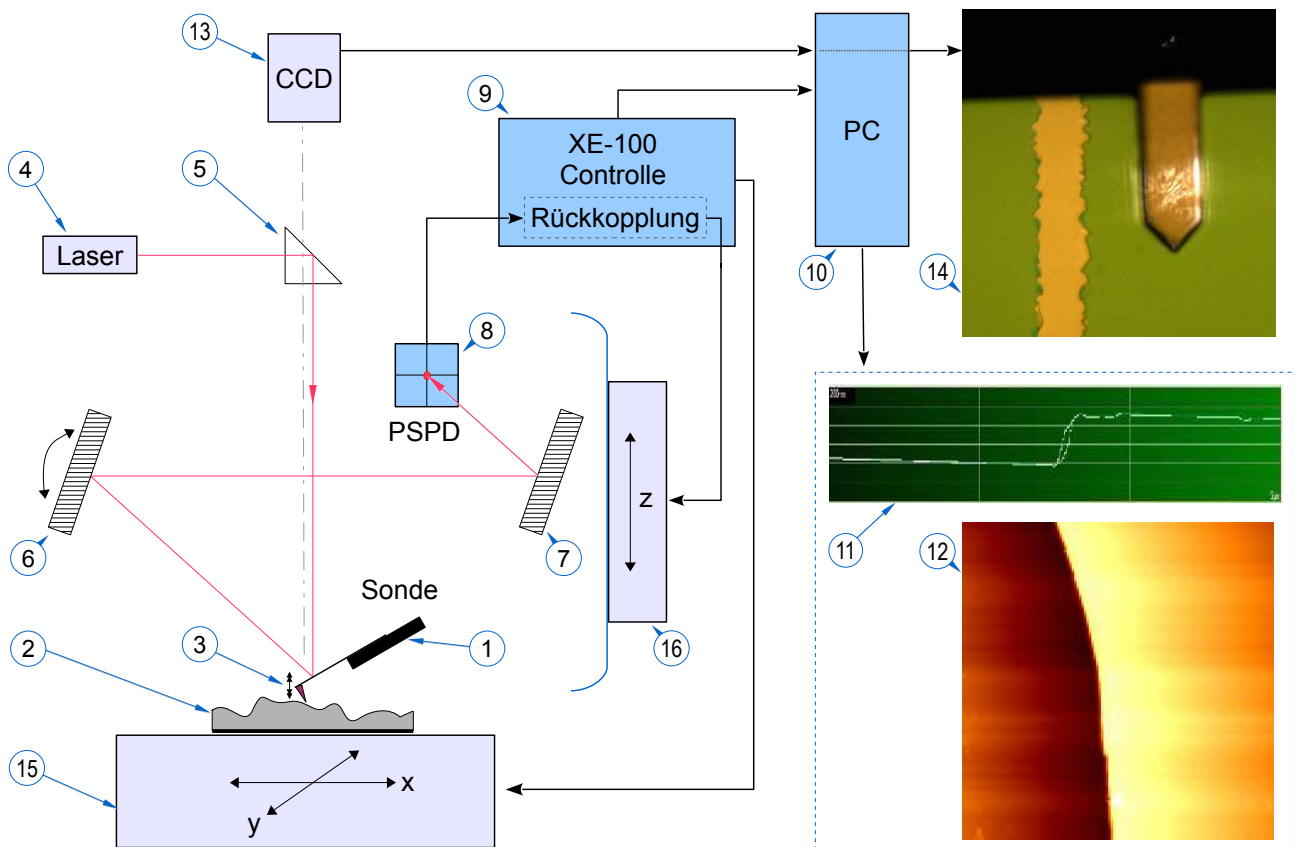


Abb. 9.1: Funktionsprinzip und Aufbau des Rasterkraftmikroskops „XE-100 SPM“

⁴⁶ die Beschichtungsrate muss nicht zwingend linear verlaufen

m Targetlabor steht für solche Messungen ein Rasterkraftmikroskop „XE-100 SPM - Scanning Probe Microscope“ der Fa. Park System zur Verfügung. Die Bedienung des Rasterkraftmikroskops erfolgt mit einem dazugehörigen PC samt folgender Benutzerprogramme: „XEP“ zur Ansteuerung und „XEI Powerful Image Processing Tool“ für die Auswertung einer AFM-Messung.

Das Funktionsprinzip und der schematische Aufbau dieses Rasterkraftmikroskops wird anhand der Abb. 9.1 beschrieben. Das grundlegende Prinzip beruht auf Messung einer Kraft zwischen einer speziellen Sonde (1) und oberflächennahen Struktur einer Materialprobe (2). Die Sonde besteht am unteren Teil aus einem dünnen Ausleger (engl. cantilever), der wie eine Blattfeder wirkt und typischerweise 100 μm lang, 10 μm breit und 1 μm dick ist; eine reale Ansicht ist in (14) rechts im Bild zu sehen. Am äußeren, freien Ende des Cantilevers befindet sich unterhalb eine feine Messspitze (engl. tip) zur Abtastung einer Materialoberfläche. Um eine hohe Ortsauflösung zu erhalten, besteht die Messspitze z.B. aus einer pyramidenförmigen Nadel mit einem minimalen Radius von weniger als 10 nm.

Abhängig von der Distanz r zwischen Nadelspitze und oberflächennahen Atomen ändert sich die resultierende Kraft, die durch das Lennard-Jones-Potential beschrieben wird: bei größerem Abstand überwiegen anziehende Van-der-Waals- und permanente Dipol-Dipol-Wechselwirkungen ($\sim r^6$), bei abnehmendem Abstand macht sich aufgrund der annähernden Atomhüllen eine abstoßende Coulomb-Kraft der überlappenden Elektronenorbitale bemerkbar ($\sim r^{12}$).

Je nach Distanz während der Abtastung wirkt sich eine resultierende Kraft auf den Cantilever aus, der entsprechend ausgelenkt wird (3). Diese Auslenkung wird mit Hilfe eines Lasers (4) berührungsfrei erfasst, indem ein feiner Laserstrahl über ein Prisma (5) auf die Rückseite des Cantilevers gerichtet wird, wie in der realen Ansicht in (14) als heller Fleck zu erkennen ist. Der reflektierte Strahl wird über einen Kippspiegel (6) und fixierten Spiegel (7) auf einen positionsempfindlichen Photodetektor (8) gelenkt (engl. position-sensitive photo detector, kurz: PSPD). Vor Beginn einer Messung sollte der Laserstrahl mittig auf dem Detektor einjustiert sein. Nach Bedarf kann dies mit dem verstellbaren Kippspiegel (6) geschehen. Eine Auslenkung des Cantilevers während des Abtastens oder Rasterns führt zu einer Positionsänderung auf dem PSPD-Sensor, die vom Controller (9) „XE-100“ registriert und an den PC (10) bzw. das Programm „XEP“ übermittelt wird. (11) zeigt das Signal einer aktuellen Abtastung einer Topografie, die eine Stufe mit einer Höhendifferenz von etwa 500 nm aufweist. Darunter ist in (12) das Ergebnis einer zeilenförmigen Rasterung der Stufe bzw. Kante zu sehen. Mit Hilfe einer CCD-Kamera (13) und einer dazugehörigen Optik lässt sich ein ausgewählter Oberflächenbereich komfortabel einjustieren und betrachten. In (14) ist links von dem Cantilever die reale Ansicht eines eingebrachten Kratzers zu erkennen, um anhand der flankierenden Stufen die Schichtdicke zu bestimmen.

Für die Rasterung einer Oberfläche wird die Materialprobe mit Hilfe einer Positionierungseinheit (15) in der horizontalen xy-Ebene automatisch angesteuert, Rasterbereich: 50 μm x 50 μm . Zusätzlich lässt sich die Materialprobe in beide Achsen mittels Mikrometerschrauben manuell bewegen (maximaler Bereich: 25 mm). In der vertikalen z-Achse (16) beträgt der Verfahrweg 12 μm und wird z.B. bei einer automatischen Probenannäherung mittels Rückkopplung ebenfalls vom Controller (9) angesteuert. Diese Positionierungseinheit wird auch als Z-Scanner bezeichnet, auf der in fester Relation zueinander die Sonde (1), die beiden Spiegel (6) und (7) sowie der Detektor (8) montiert sind.

Mit dem Rasterkraftmikroskop können zwei Messprinzipien verwendet werden:

Im direkten Kontaktmodus (engl. „contact-mode AFM“) wird die Oberfläche in geringer Distanz abgetastet und somit überwiegend die abstoßende Coulomb-Kraft zur Messung genutzt. Wie oben beschrieben wird dabei die Auslenkung des Cantilevers über den PSPD-Sensor ermittelt.

Im Nichtkontaktmodus (engl. „non-contact-mode AFM“) wird der Cantilever in etwas größerem Abstand über eine Topografie bewegt, so dass vornehmlich anziehende Kräfte detektiert werden. Der Cantilever wird dabei nahe seiner Resonanzfrequenz angeregt. Eine Änderung der Distanz führt dann zu einer Verschiebung dieser Frequenz.

Schichtdickenbestimmung des DLC-Materials

Die Dicke einer DLC-Beschichtung wurde bestimmt, indem an der gewünschten Substratposition ein feiner Kratzer eingebracht wurde, vergleiche (14) in Abb. 9.1. Hierfür diente eine Stahlnadel, deren Mohshärte im Vergleich zu DLC höher war, jedoch niedriger gegenüber dem Substratmaterial (Silizium, Glas). Vor einer Messung wurden eventuelle feine Partikel mit Hilfe von Isopropanol und sauberer Druckluft entfernt. Erfahrungsgemäß war der „non-contact-mode“ am besten geeignet, um die stufenförmige Topografie des „Kratzergrabens“ zuverlässig abzutasten. Hierfür wurde z.B. ein Cantilever des Typs APP NANO, SPM ACTA Part #ACTA-10 eingesetzt [DEV-ACTA]. Die AFM-Messung erfolgte üblicherweise an beiden Flankenbereichen des Kratzergrabens. Auch zur statistischen Mittlung wurde ein ausreichend großer Bereich entlang des Grabens abgetastet, wie z.B. in (12) in Abb. 9.1 zu sehen.

Als Beispiel für eine AFM-Messung werden in Tabelle 9.1 die Schichtdicken wiedergegeben, die sich nach einem PECVD-Prozess ergaben. Dazu wurden Silizium-Wafer mit DLC bei einer unterschiedlichen Prozessdauer von jeweils 25 bis 60 Minuten beschichtet, um anhand eines Kratzergrabens die resultierende Schichtdicke an mehreren Positionen zu bestimmen. Für die Beschichtung von DLC wurden folgende Prozessparameter verwendet: Prozessgas CH_4 , Massenfluss 20 sccm, Prozessdruck 3 mTorr, ECR-Plasma mit 200 W Mikrowellenleistung, keine Bias-Spannung (vgl. Abschnitt 8.2).

Aus der jeweiligen Schichtdicke und Prozessdauer ergab sich eine mittlere Abscheidungsrate, siehe rechte Spalte in Tabelle 9.1. Wie zu erkennen, variierte diese Rate zwischen $(14,1 \pm 0,2)$ nm/min. Und $(13,3 \pm 0,2)$ nm/min., woraus sich eine durchschnittliche DLC-Abscheidungsrate von ungefähr 13,6 nm/min. ableiten lässt. Mit dieser Angabe ist es prinzipiell möglich, eine gewünschte „Zielschichtdicke“ zu erhalten, wenn die entsprechende Prozessdauer eingestellt wird. Insofern die Prozessparameter stabil sind (z.B. Massenfluss), bestimmt die absolute Prozess- bzw. Abscheidungsrate maßgeblich die resultierende Schichtdicke.

Prozessdauer [min.]	Schichtdicke „non-contact AFM“ [nm]	Abscheidungsrate DLC, gemittelt [nm/min.]
25	(353 ± 5)	$(14,1 \pm 0,2)$
30	(417 ± 7)	$(13,9 \pm 0,2)$
35	(477 ± 7)	$(13,6 \pm 0,2)$
40	(533 ± 6)	$(13,3 \pm 0,2)$
45	(609 ± 7)	$(13,5 \pm 0,2)$
50	(668 ± 8)	$(13,3 \pm 0,1)$
60	(806 ± 8)	$(13,4 \pm 0,1)$

Tabelle 9.1: Abscheidungsrate bei PECVD von DLC; Parameter siehe Text

9.1 Ionenstrahlanalyse (ISA)

Die chemische Zusammensetzung von Beschichtungen aus DLC wurde mit zwei Methoden der Ionenstrahlanalyse untersucht: mittels „proton enhanced scattering“ (engl., kurz: PES)⁴⁷ und der „nuclear reaction analysis“ (engl., kurz: NRA). Insbesondere mit der ersten Methode lässt sich typischerweise ein Anteil an Kohlenstoff recht gut bestimmen – und damit im Fall von deuterierten DLC-Schichten auch der Gehalt an Deuterium.

Mit der Ionenstrahlanalyse wurde untersucht, wie hoch der Anteil an Wasserstoff bzw. Deuterium in DLC-Schichten ist, die mit der PECVD-Anlage hergestellt wurden. Einerseits diente dies der Überprüfung, ob tatsächlich jener Wasserstoffgehalt im Material vorhanden war, wie in [Varhue et al., 1990] berichtet (ca. 50 % H, vgl. Abschnitt 8.1.2). Andererseits sollte auch geklärt werden, ob sich mit einem Prozessgas wie CD_4 ein ähnlicher Deuterium-Gehalt erzielen ließe.

In Abb. 9.2 ist ein Probenhalter (PH) zu sehen, auf dem insgesamt fünf Materialproben montiert sind (Kantenlänge: ca. 10 mm). In Tabelle 9.2 ist aufgelistet, welche Proben für die Ionenstrahlanalyse ausgewählt wurden. Für Kalibrierungszwecke diente die Probe (KP), die von Herrn Dr. Schwarz-Selinger (Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching) bereitgestellt wurde. Als deuteriumhaltige Referenz mit bekannter Zusammensetzung wurde die Probe (A2) verwendet. Sie bestand aus einer deuterierten Polystyrol-Folie, die auf ein Silizium-Substrat aufgebracht und freundlicherweise von Dr. Alexandra Te-

bartz zur Verfügung gestellt wurde. Die Probe (C2) beinhaltete eine DLC-Schicht, die mit dem selbst synthetisierten Prozessgas CD_4 abgeschieden wurde und demnach einen hohen Anteil an Deuterium aufweisen sollte. Die Probe (D3) besaß eine DLC-Schicht aus a-C:H, das Prozessgas CH_4 stammte dafür aus kommerzieller Quelle (vgl. Angaben in Tabelle 8.1). Für die Schichtabscheidung der Probe (B2) wurde hingegen das Prozessgas CH_4 ebenfalls selbst synthetisiert, um die Tauglichkeit des Verfahrens zu überprüfen. Im Rahmen der Auswertung lag der Fokus jedoch auf der Bestimmung des Deuteriumgehalts, so dass die Proben (B2) und (D3) keine nennenswerte Relevanz haben.

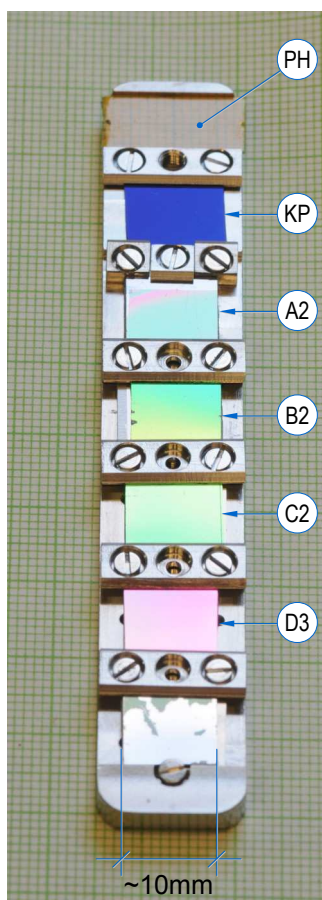


Abb. 9.2: ISA-Proben

Probe	Material	Schichtdicke (mittels AFM)
Kalibrierungsprobe (KP)	a-C:H:D:He	N/A
A2 (Referenz)	deut. Polystyrol (C_8D_8)	(677 ± 4) nm
B2	a-C:H	(312 ± 2) nm
C2	a-C:D	(541 ± 3) nm
D3	a-C:H	(508 ± 3) nm

Tabelle 9.2: Materialproben für die Ionenstrahlanalyse

⁴⁷ auch als proton enhanced-crosssection scattering bezeichnet

9.1.1 Methodik und Auswertung

Die chemische bzw. elementare Zusammensetzung von entsprechend dünnen Schichten kann mittels Ionenstrahlanalyse (kurz: ISA) quantitativ erfasst werden⁴⁸. Bei dieser Methode treffen Ionen mit einer kinetischen Energie im MeV-Bereich unter einem definierten Winkel auf eine Materialprobe bzw. auf Targetatome einer zu untersuchenden Schicht. Im einfachsten Fall kann aus den rückgestreuten Teilchen bei bekanntem Wirkungsquerschnitt für den Streuprozess, der Anzahl und der Energie der einfallenden Ionen und der Winkelgeometrie die Zahl der streuenden Teilchen pro Fläche berechnet werden. Die Anzahl und Energieverteilung der registrierten Teilchen wird mit Hilfe eines Halbleiterdetektors ermittelt. Die Zahl der Streueignisse N_{Det} , die solch ein Detektor registriert, ergibt sich dabei aus:

$$N_{Det} = N_p \Omega \frac{1}{|\cos \alpha|} \gamma \frac{d\sigma}{d\Omega} \quad (G 9.1)$$

mit der Anzahl N_p der einfallenden Projektil-Ionen (mit der Energie E), dem Raumwinkel Ω des Detektors, dem Einfallswinkel α der Projektile zur Normalen sowie mit der Flächendichte γ der Targetatome und dem differentiellen Wirkungsquerschnitt $d\sigma/d\Omega$ für die Reaktion zwischen Projektil- und Targetatom. Die Anzahl an einfallenden Projektil-Ionen wird dabei in der Regel mittels Strommessung am Target erfasst. Eine Tiefeninformation ergibt sich aus der Tatsache, dass dem ein- und auslaufenden Strahl ein Energieverlust widerfährt: Teilchen mit maximaler Energie entstammen der Oberfläche, Teilchen mit niedrigerer Energie aus tieferen Probenschichten. Relevant ist hierbei, dass mit der ISA eine Tiefe nicht direkt in Nano- oder Mikrometer gemessen werden kann, da lediglich die Anzahl an Atomen von Bedeutung ist, mit denen der Ionenstrahl wechselwirkt; die tatsächliche Volumendichte hat jedoch keinen Einfluss auf das Signal. Zur Umrechnung der gemessenen Flächendichte in eine Längenskala muss die Volumendichte bekannt sein oder es bedarf einer ergänzenden Messmethodik.

Im vereinfachten Fall lässt sich der Wirkungsquerschnitt einer Streuung von leichten Projektilen an schwereren Targetatomen analytisch durch die Rutherford-Streuung am Coulomb-Potential beschreiben. Es ergibt sich mit der Kernladungszahl des Projektils Z_1 und des Targetatoms Z_2 , deren jeweilige Masse M_1 und M_2 und mit dem Streuwinkel θ :

$$\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4 E^2} \right)^2 \left(\frac{4}{\sin^4 \theta} \right) \frac{(\sqrt{1 - (M_1/M_2 \cdot \sin \theta)^2} + \cos \theta)^2}{\sqrt{1 - (M_1/M_2 \cdot \sin \theta)^2}} \quad (G 9.2)$$

Man spricht in dem Fall von einer **Rutherford backscattering spectroscopy** (engl., kurz: RBS). Aufgrund dieser einfachen analytischen Betrachtung ist die RBS eine der wenigen Analysemethoden, die inhärent absolut quantitativ ist und keine Standards benötigt [Chu et al., 1978]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Kohlenstoff-Gehalt mit Protonen (Projektile) einer Energie $E=1,5$ MeV bestimmt. Der Streuprozess kann dabei analog der Rutherford-Streuung beschrieben werden. Dabei ist jedoch zu beachten, dass sich die Protonen dem Kern so weit annähern, dass der Rutherford-Streuquerschnitt aufgrund der Kernkräfte modifiziert werden muss. Man spricht deshalb nicht mehr von einer RBS, sondern lediglich von (engl.) backscattering, von elastic backscattering scattering oder im Speziellen von proton enhanced(-cross section) scattering. Der Wirkungsquerschnitt kann dann nicht mehr analytisch angegeben werden, sondern basiert auf Messungen; eine Datenbasis dazu findet sich unter [IBANDL IAEA, 2017].

⁴⁸ auch an dieser Stelle einen herzlichen Dank an Herrn Dr. Schwarz-Seliger für die Realisierung der geschilderten Ionenstrahlanalysen sowie für die freundliche Unterstützung und Bereitstellung der dargestellten Messergebnisse

Abb. 9.3 zeigt den Verlauf des Wirkungsquerschnitts für diese Reaktion als Funktion der Energie, basierend auf Daten von [Amirikas et al., 1993], [Mazzoni et al., 1998] und „SigmaCalc“-Rechnungen von [Gurbich, 2016] für einen Streuwinkel von 165 °. Bei einer Energie von 1,5 MeV ist der Streuquerschnitt um den Faktor 7,8 gegenüber dem Rutherford-Streuquerschnitt überhöht und beträgt 164 mbarn.

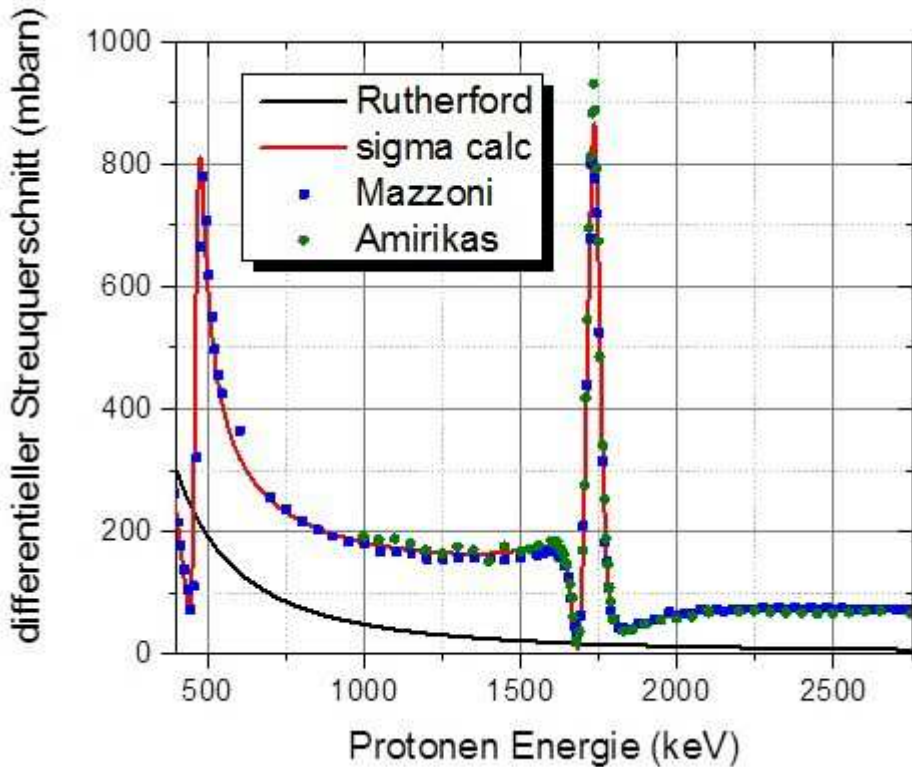


Abb. 9.3: Verlauf des differentiellen Wirkungsquerschnitts für die Streuung von Protonen an Kohlenstoff als Funktion der Energie, Streuwinkel 165 °

Die Energie E_p der Protonen nach der Streuung ist durch den kinematischen Faktor K bestimmt und lässt sich somit aus den Massen der Stoßpartner (M_1 und M_2), des Streuwinkels q und aus der Primärenergie E_0 beschreiben:

$$E_p = K \cdot E_0 = \left(\frac{\sqrt{M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta} + M_1 \cos \theta}{M_1 + M_2} \right)^2 \cdot E_0 \quad (\text{G 9.3})$$

Auf dieser Energieabhängigkeit basiert die Elementtrennung bei der RBS: eine Rückstreuung an schweren Elementen liefert Signale bei höheren Energien und eine Rückstreuung an leichten Elementen ergibt Signale bei niedrigen Energien. Diese einfache Zuordnung gilt jedoch nur für Stöße an der Probenoberfläche, da – wie oben erwähnt – sowohl das Projektil beim Eindringen in das Material kinetische Energie verliert als auch das gestreute Teilchen auf dem Weg zurück zur Oberfläche. Das Energiespektrum enthält daher neben der Information über das Element und der absoluten Teilchendichte auch Informationen über die Tiefenverteilung. In Abb. 9.4 ist ein typisches „PES-Spektrum“ für eine Schicht aus protonierten und deuterierten Kohlenwasserstoffen wiedergegeben. Gut erkennbar ist die Deckschicht aus 11,2 nm dünnem Gold (angenommene Dichte: $5,904 \cdot 10^{22} \text{ Au/cm}^3$). Ergänzend ist eine schematische Darstellung der Streugeometrie angedeutet und als rote Linie der angenommene Untergrund.

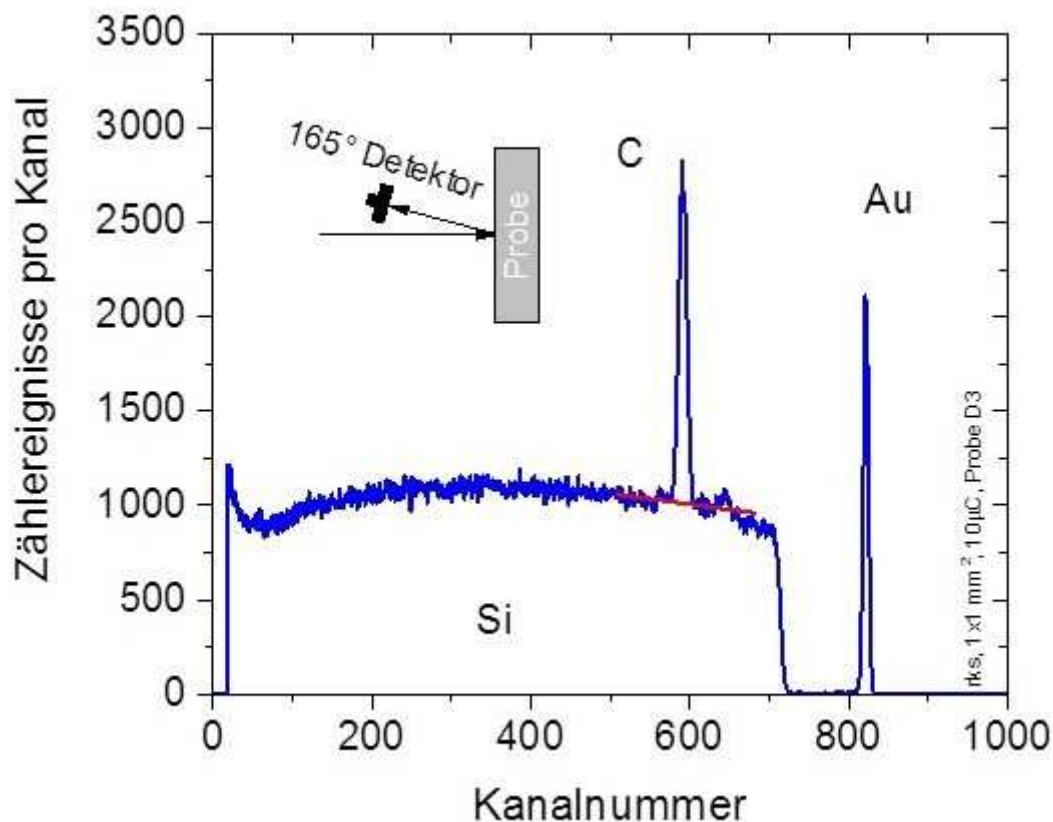


Abb. 9.4: PES-Spektrum der Probe D3 (a-C:H auf Silizium-Substrat), gemessen mit einer Protonen-Energie von 1,5 MeV

Die Messungen wurden am Experimentierplatz „Rückstreutopf“ (rks) im Tandem-Beschleunigerlabor am Max-Planck-Institut für Plasmaphysik (IPP, Garching) durchgeführt. In Abb. 9.4 wird auch die Streugeometrie schematisch gezeigt. Die Größe des Messflecks betrug 1 mm x 1 mm und es wurde für dieses Spektrum eine Ladung von 10 μC akkumuliert. Als Spektrum bezeichnet man die Anzahl an Zählereignissen der rückgestreuten Protonen als Funktion von deren Energie. Die zu untersuchende Schicht wurde auf einem Substrat aus Silizium aufgebracht. Zusätzlich wurde noch eine dünne Goldschicht (Flächenbelegung: $66 \cdot 10^{15} \text{ Au/cm}^2$) thermisch aufgedampft (PVD), die im Spektrum als schmaler RBS-Peak bei Kanalnummer 822 zu erkennen ist. Sie begünstigt durch ihre gute elektrische Leitfähigkeit die Strommessung und erlaubt neben der Energiekalibrierung zudem die Bestimmung der Energieauflösung, da der Energieverlust in der Schicht geringer ist als die Auflösung des Detektors. Der breite Untergrund im Spektrum bis zur Kanalnummer 700 entsteht durch die elastische Streuung der Projektile am Coulomb-Potential der Atomkerne des dicken Silizium-Substrats (ebenfalls „Rutherfordbedingt“). In der Regel lassen sich leichte Elemente auf schwereren Substraten mit der RBS nicht nachweisen. Der Wirkungsquerschnitt skaliert quadratisch mit der Kernladungszahl der Targetatome, so dass das Signal des „schwereren“ Substrats jenes der leichteren Schicht dominiert. Aufgrund der starken Überhöhung des Wirkungsquerschnitts der Reaktion $^{12}\text{C}(p,p)^{12}\text{C}$ führt jedoch die dünne DLC-Schicht (a-C:H) zu einer deutlich sichtbaren Kohlenstoff-Linie. Da die Änderung des Wirkungsquerschnitts für diese dünne Schicht vernachlässigt werden kann, ist es möglich, mit Gleichung (G 9.1) unmittelbar die Kohlenstoff-Menge zu bestimmen. Das Integral über dem Kohlenstoff-Peak entspricht der Anzahl der Streuereignisse. Der Silizium-Untergrund wurde dabei linear interpoliert, siehe rote Linie in Abb. 9.4. Die auf diese Weise bestimmten Flächendichten an Kohlenstoff sind in Tabelle 9.3 zusammengefasst.

Probe	Material	Flächendichte	Flächendichte	Anteil
		Kohlenstoff [10^{15} C/cm 2]	Deuterium [10^{15} C/cm 2]	Deuterium [%]
A2	deut. Polystrol (C $_8$ D $_8$)	3465	2950	46
B2	DLC a-C:H	1451	17,25	1,2
C2	DLC a-C:D	2255	1907	46
D3	DLC a-C:H	1989	0,25	10E-4

Tabelle 9.3: Messergebnisse der Ionenstrahlanalyse

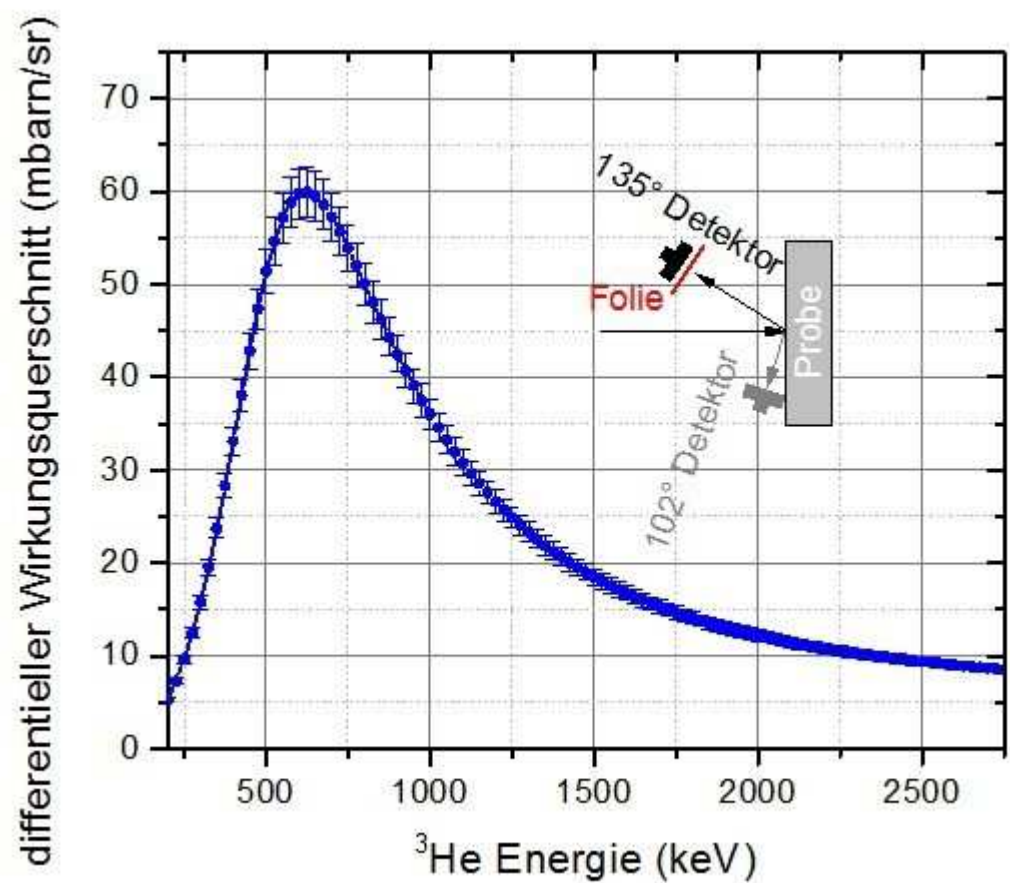


Abb. 9.5: Verlauf des differentiellen Wirkungsquerschnitts für Kernreaktion von ^3He mit Deuterium als Funktion der Energie, Reaktionswinkel 135 °

Der Deuterium-Anteil in den Schichten wurde anhand der Reaktion $D(^3\text{He},p)\alpha$ mit Hilfe der Kernreaktionsanalyse (NRA) nachgewiesen. Der Vorteil dieser Reaktion ist einerseits ihr hoher Wirkungsquerschnitt [Wielunska et al., 2015], andererseits erlaubt sie eine untergrundfreie Messung. Letzteres ist möglich, da die kinetische Energie der Reaktionsprodukte deutlich größer ist als jene der gestreuten ^3He -Ionen. Für eine Primärenergie der ^3He -Ionen von 690 keV ergibt sich eine Protonen-Energie von 13,3 MeV und eine Energie für die Alpha-Teilchen von 2,2 MeV. Damit lassen sich die langsameren ^3He -Ionen durch eine einfache Folie vor den Detektoren stoppen. Hierfür wurde eine 50 μm dicke Folie aus Mylar mit einer 50 nm dicken Beschichtung aus Gold verwendet. Abb. 9.5 zeigt den Verlauf des differentiellen Wirkungsquerschnitts für die Kernreaktion von ^3He mit Deuterium als Funktion der Energie für einen Reaktionswinkel von 135° , basierend auf Daten von [Wielunska et al., 2015]. Der geometrische Aufbau ist oben rechts schematisch dargestellt.

Abb. 9.6 zeigt das Protonen-Spektrum für die Probe C2 (DLC, a-C:D), aufgenommen unter einem Winkel von 135° für eine ^3He -Energie von 690 keV. Die Größe des Messflecks betrug 1 mm x 1 mm und es wurde für dieses Spektrum eine Ladung von 5 μC akkumuliert. Da der Wirkungsquerschnitt stark mit der Energie variiert, wurde die Analysesoftware SIMNRA [SIMNRA, 1997] zur Auswertung verwendet. Diese Software erlaubt einen quantitativen Fit der Daten unter Verwendung aller relevanten physikalischen Eingangsgrößen wie dem Wirkungsquerschnitt, der Streugeometrie, der Detektorauflösung und beispielsweise dem Energieverlust in der Schicht. Das Ergebnis der SIMNRA-Simulation ist in Abb. 9.6 vergleichend eingezeichnet (blaue Linie). Die auf diese Weise bestimmten Flächendichten für Deuterium sind in Tabelle 9.3 aufgelistet. In Verbindung mit den Kohlenstoff-Anteilen ergeben sich die in der selben Tabelle aufgeführten Deuterium-Konzentrationen.

Die Fehler der Messungen ergeben sich aus der Zuverlässigkeit der Strommessung (typischerweise 3 %) und der Genauigkeit für den Wirkungsquerschnitt.

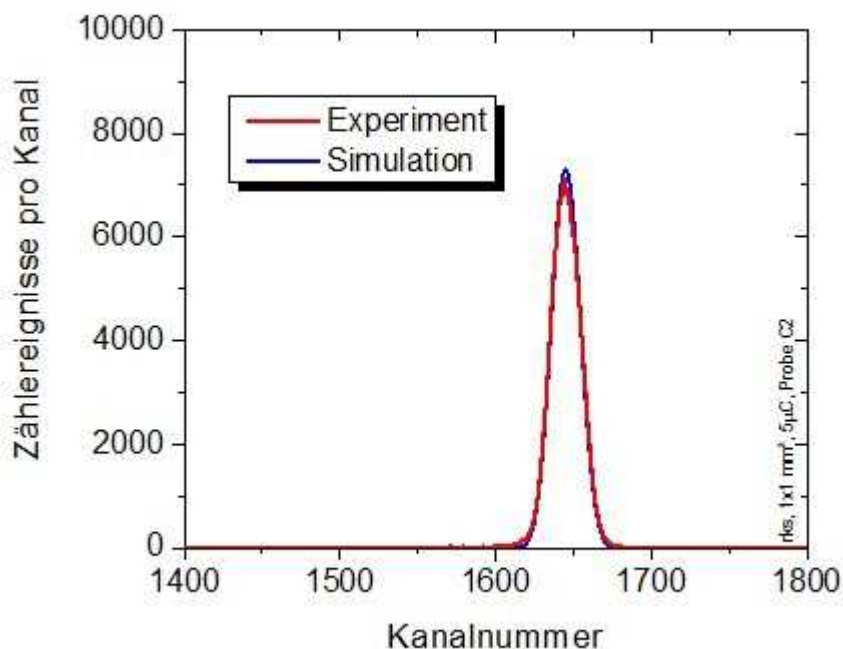


Abb. 9.6: Protonen-Spektrum der Probe C2 (DLC, a-C:D) unter 135° aufgenommen für ^3He -Energie von 690 keV: rote Linie Experiment, blaue Linie SIMNRA-Simulation [SIMNRA, 1997]

Schlussfolgerung

Der mit Hilfe der Ionenstrahlanalyse ermittelte Deuterium-Gehalt lag bei der Probe C2 (a-C:D) mit $(46 \pm 4) \%$ zwar etwas niedriger als durch die Angaben in [Varhue et al., 1990] zu erwarten gewesen wäre. Allerdings wurde bei der Referenzprobe A2 (deuteriertes Polystyrol, C_8D_8) ebenfalls ein Deuterium-Anteil von $(46 \pm 4) \%$ bestimmt. Dies lässt den Schluss zu, dass das deuterierte DLC-Material tatsächlich einen identischen Anteil an Deuterium aufweist wie die deuterierte Polystyrol-Folie (50 % D).

9.2 Erprobung von Targets mit deuteriertem DLC

In Abschnitt 8.4.3 wurde die Präparation von Targets beschrieben, die eine freitragende Folie aus DLC besaßen. Im Rahmen einer sog. „Neutronenstrahlzeit“, die im Februar 2015 am Hochenergie-Lasersystem PHELIX des GSI Helmholtzzentrums für Schwerionenforschung GmbH durchgeführt wurde, konnten zwei derartige Targets erprobt werden. Ziel war es, die Verwendbarkeit solcher DLC-Targets zu testen und im Speziellen das deuterierte Material zu beurteilen, indem es mit einem „Standard-Target“ aus deuteriertem Polystyrol verglichen wird.

An dieser Stelle sei Dr. Annika Kleinschmidt für die freundliche Unterstützung gedankt sowie die Bereitstellung der Messergebnisse, die im Folgenden gezeigt werden. Ausführliche Details zu dieser Neutronenstrahlzeit, wie z.B. zum Experimentaufbau oder den verwendeten Diagnostiken, lassen sich der entsprechenden Arbeit entnehmen [Kleinschmidt, 2017]. In diesem Abschnitt werden nur die Resultate der erprobten Targets kurz umrissen.

9.2.1 Laserschuss: Shot #24

Bei dem Laserschuss „Shot #24“ wurde ein Target aus deuteriertem DLC untersucht, bei dem die freitragende Folie⁴⁹ eine Dicke von (1061 ± 9) nm besaß (non-contact AFM). Der Laserschuss erfolgte unter einem Winkel von 10° senkrecht zur vorderen Targetnormalen, die Laserparameter betrugen: Wellenlänge 1053 nm, Pulsdauer 600 fs, Pulsenergie 200 J.

Um beschleunigte Ionen nach einem erfolgten Laserschuss nachzuweisen, werden oft sog. radiochromatische Filme (engl. radiochromic film, kurz: RCF) verwendet. Einerseits lässt sich damit die räumliche Ausdehnung eines Ionenstrahls erkennen, andererseits kann durch eine Stapelung solcher RCFs zusätzlich eine Ionenenergie „stichprobenartig“ bestimmt werden.

Im Folgenden wird das grundlegende Prinzip dieser Diagnostik umrissen, weitere Details finden sich in [Nürnberg, 2010; Geschwind, 2014; Tebartz, 2014]. Ein radiochromatischer Film besitzt eine aktive Schicht, die sich durch eine Polymerisationsreaktion verfärbt, wenn ein energiereiches Teilchen auf sie getroffen ist. Dies können geladene Teilchen wie Protonen, Deuteronen und andere schwere Ionen sein. Auch ungeladene Teilchen wie Neutronen und sogar hochenergetische elektromagnetische Strahlung führen zu einer solchen Reaktion. Im Rahmen der durchgeführten Experimente wurde unter anderem ein RCF des Typs „Gafchromic, HD-V2“ verwendet [Ashland, 2018], bei dem die Verfärbung von grünlich transparent nach blau zu beobachten ist. Die Intensität der Verfärbung ist dabei von der deponierten Energie abhängig [McLaughlin et al., 1996].

⁴⁹ zweifache Lage aus dünner deuterierter DLC-Folie

Damit eine Ionenenergie in einem bestimmten Bereich festgestellt werden kann, stapelt man abwechselnd Lagen aus RCFs und Metallfolien. Hochenergetische Teilchen wie Ionen werden in Materie soweit kontinuierlich abgebremst bis sie infolge des Bragg-Peaks ihre verbleibende Energie im Material abrupt deponieren. Dies kann innerhalb einer Metallfolie geschehen oder eines RCFs, der sich dann wie oben beschrieben verfärbt. Die Metallfolien dienen somit als „Abstandshalter“ und Medium zum kontinuierlichen Abbremsen. Ereignet sich diese maximale Energiedeposition durch den Bragg-Peak in einem RCF, so kann die dazugehörige Teilchenenergie bestimmt werden.

Die RCF-Stapelung beinhaltet Metallfolien aus Nickel (Materialstärke: 20 μm , 50 μm und 100 μm) sowie Kupfer (Materialstärke: 200 μm , 500 μm und mehr). Welche Ionenenergie mit einer Energieauflösung von wenigen MeV für die gewählte Stapelkonfiguration nachgewiesen werden konnte, wird anhand der Abb. 9.7 ersichtlich. Insgesamt sind acht RCFs zu sehen, rechts daneben ist die zu erwartende Ionenenergie vermerkt. Da schwere Ionen aufgrund ihres hohen Bremsvermögens bereits in den ersten Metallfolien-schichten vollständig abgebremst werden, verursachen vornehmlich leichte Teilchen wie Protonen und Deuteronen eine Verfärbung auf den RCFs.

Wie der Abb. 9.7 zu entnehmen, ist bis zu einer Energie von 32,7 MeV eine deutliche Ionenspur vorhanden (HD4). Auch auf den drei nachfolgenden RCFs ist dies in abgeschwächter Form der Fall, so dass Ionen (Protonen und Deuteronen) mit einer Energie von bis zu 58,5 MeV nachgewiesen werden konnten. Dies entspricht einem „klassischen TNSA-Schuss“ [Snavey et al., 2000] und zeigt, dass das verwendete Target(-material) diesbezüglich erfolgreich erprobt werden konnte.

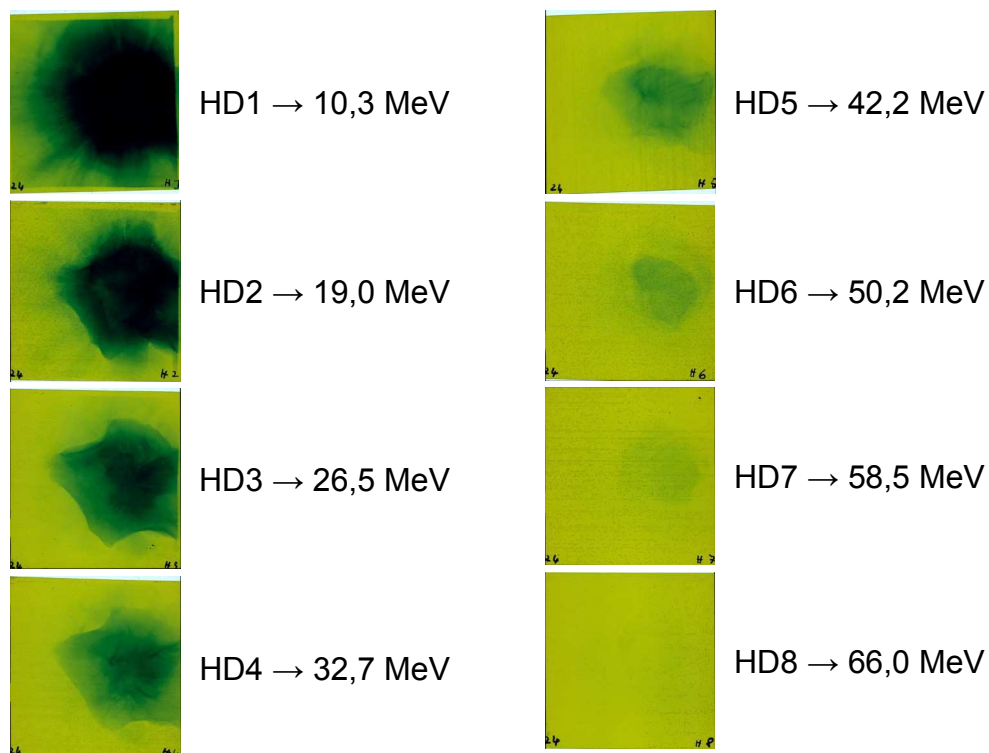


Abb. 9.7: RCFs nach Laserschuss „Shot #24“ (Targetmaterial: deuteriertes DLC)

9.2.2 Laserschuss: Shot #28

Bei dem Laserschuss „Shot #28“ wurde ein Target aus deuteriertem DLC untersucht, bei dem die freitragende Folie eine Dicke von (521 ± 6) nm besaß (non-contact AFM). Der Laserschuss erfolgte unter einem Winkel von 0° senkrecht zur vorderen Targetnormalen, die Laserparameter betrugen: Wellenlänge 1053 nm, Pulsdauer 600 fs, Pulsenergie 212 J.

Im Rahmen der „Neutronenstrahlzeit Februar 2015“ [Kleinschmidt, 2017] wurde unter anderem die räumliche Verteilung von hochenergetischen Neutronen bestimmt, die bei einer laserbasierten Ionenbeschleunigung erzeugt wurden. Als Targetmaterial kamen dabei standardmäßig dünne Folien aus deuteriertem Polystyrol zum Einsatz. Zur Neutronenerzeugung wurde ein Konverter aus Beryllium eingesetzt [Willingale et al., 2011]. Als Neutronendosimeter wurden sog. Bubble⁵⁰-Detektoren direkt an und nahe der Targetkammer platziert. Diese Bubble-Detektoren bestehen aus einem transparenten Polycarbonatrohr, das mit einem Polymergel gefüllt ist. In diesem Gel sind zehntausende Halogen- und Kohlenwasserstofftröpfchen mit einem Durchmesser von $100 \mu\text{m}$ und kleiner eingebettet [Knoll, 2000; Smecka et al., 2007; Bubble, 2018]. Die bereits bei Raumtemperatur überhitzten Flüssigkeitströpfchen werden durch Druckreduzierung am Bubble-Detektor in einen überkritischen Zustand gebracht. Sobald energiereiche Neutronen auf ein derartiges Tröpfchen treffen, verdampft die Flüssigkeit schlagartig und es bildet sich ein gut sichtbares Bläschen - deren Anzahl entspricht letztlich der Dosis an Neutronen.

Den Ergebnissen in [Kleinschmidt, 2017] zufolge, wurde bei Verwendung eines Beryllium-Konverters eine mittlere Gesamtanzahl von $(5,25 \pm 0,77) \cdot 10^{10}$ Neutronen pro Laserschuss erzielt. Außerdem wird berichtet, dass ein gerichteter Neutronenstrahl in Laser-Vorwärtsrichtung zu beobachten war, der einen Öffnungswinkel von $(100 \pm 2)^\circ$ besaß.

Das Resultat des Laserschusses „Shot #28“ ist in Abb. 9.8 dargestellt. Dabei ist die räumliche Verteilung der Neutronenanzahl gegenüber dem relativen Winkel bezüglich der Laser-Vorwärtsrichtung aufgetragen. Die Winkelverteilung erstreckt sich von etwa 20 bis 25° . Maximale Neutronenzahlen zeigen sich bei denjenigen Bubble-Detektoren, die sich nah am Winkel von 0° befinden und damit parallel zur Laser-Vorwärtsrichtung. Folglich konnte mit diesem Laserschuss ebenfalls bestätigt werden, dass sich ein gerichteter Neutronenstrahl erzeugen ließ und ein Target aus deuteriertem DLC-Material auch in diesem Fall erfolgreich erprobt wurde.

Zum Vergleich ist in Abb. 9.9 ein Laserschuss wiedergegeben, bei dem als Target eine dünne Folie aus deuteriertem Polystyrol (C_8D_8) verwendet wurde. Diese Folie besaß eine vergleichbare Schichtdicke wie das deuterierte DLC-Material bei „Shot #28“. Der Laserschuss erfolgte bei „Shot #25“ unter einem Winkel von 0° senkrecht zur vorderen Targetnormalen, die Laserparameter betrugen: Wellenlänge 1053 nm, Pulsdauer 600 fs, Pulsenergie 204 J. Bei der räumlichen Verteilung der Neutronenanzahl gegenüber dem relativen Winkel bezüglich der Laser-Vorwärtsrichtung zeigt sich in Abb. 9.9 ebenfalls ein gerichteter Neutronenstrahl wie in Abb. 9.8.

Beim Laserschuss „Shot #28“ mit dem deuterierten DLC-Material ergab sich eine Gesamtanzahl von $(1,11 \pm 0,19) \cdot 10^{11}$ Neutronen, bei dem „Shot #25“ mit deuterierter Polystyrol-Folie hingegen $(8,06 \pm 1,41) \cdot 10^{10}$ Neutronen. Diese Zahlen können jedoch nicht direkt verglichen werden, da im ersten Fall 18 Bubble-Detektoren zur Verfügung standen, während es bei „Shot #25“ nur 15 Detektoren waren. Angaben zur Auswertung und Fehlerbetrachtung sind in [Kleinschmidt, 2017] ausführlich beschrieben.

⁵⁰ dt. Blase

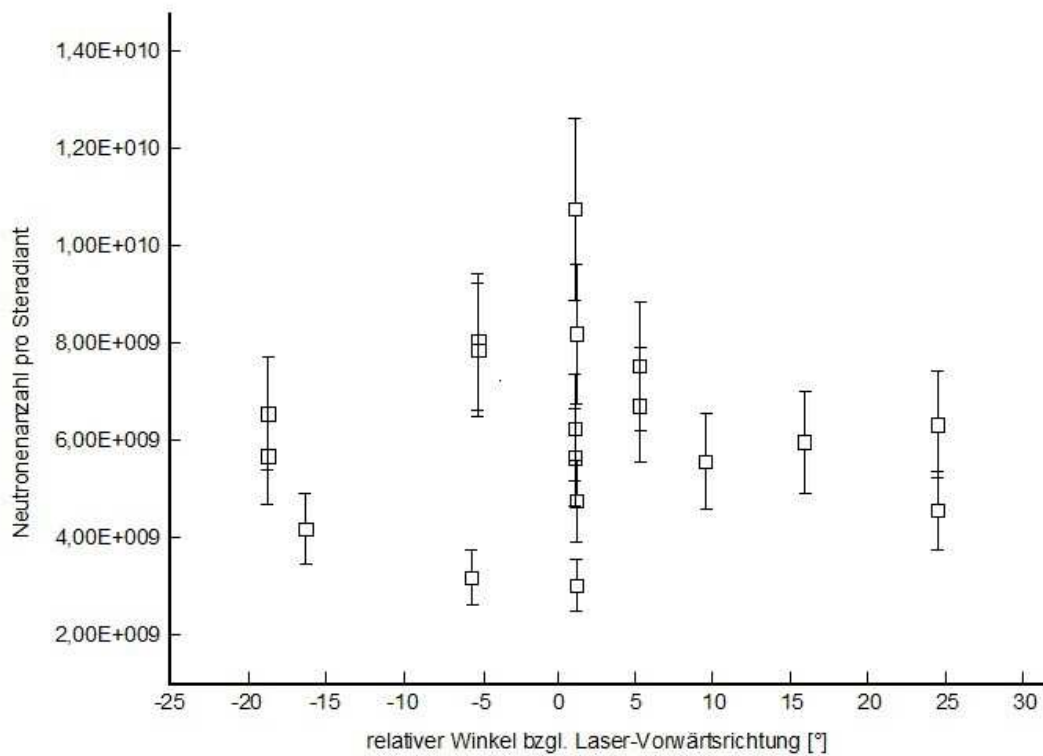


Abb. 9.8: Räumliche Verteilung der Neutronenzahl nach Laserschuss „Shot #28“ (Zielmaterial: deuteriertes DLC)

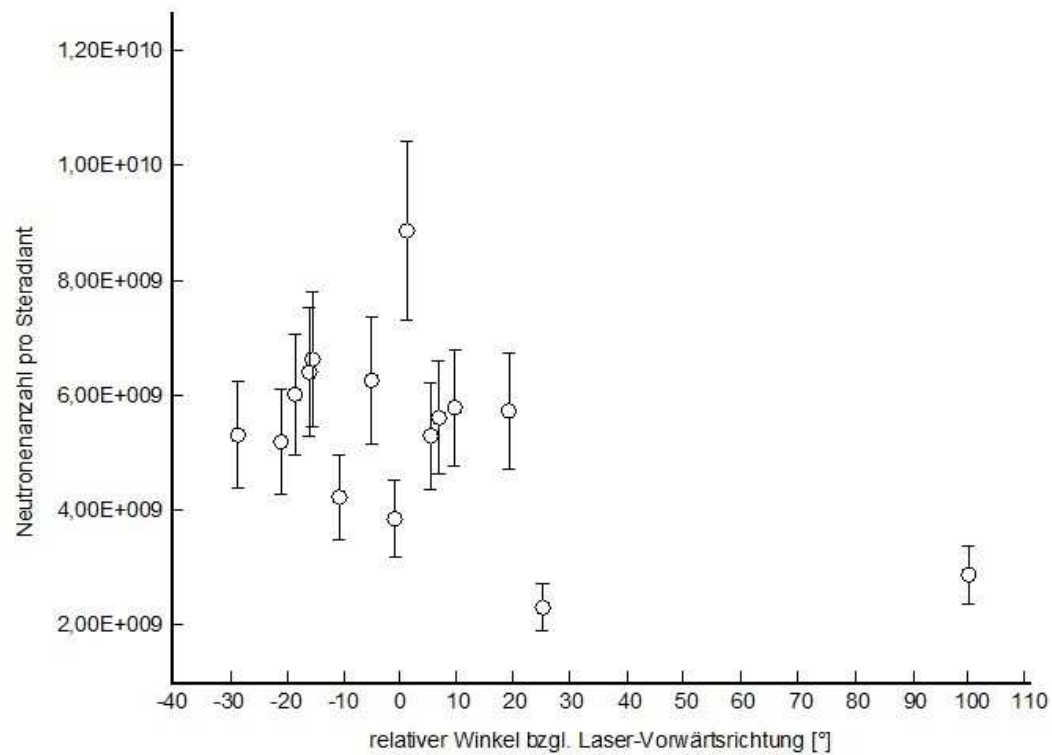


Abb. 9.9: Räumliche Verteilung der Neutronenzahl nach Laserschuss „Shot #25“ (Zielmaterial: deuteriertes Polystyrol)



10. Fazit und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit konnte eine bestehende PECVD-Prozessanlage (Plasma-Therm SLR-770 ECR) umfassend modernisiert, erweitert, optimiert und erfolgreich im Targetlabor des Instituts für Kernphysik (TU Darmstadt) in Betrieb genommen. Bei diesem „Retrofit“ wurde auch die technische Dokumentation aufbereitet und aktualisiert, die eine solide Basis für eine zukünftige Erweiterung der Hardware sowie Bediensoftware (NI LabVIEW) darstellt. Diese Prozessanlage ermöglicht es, mit Hilfe eines Niederdruckplasmas (ultra-)dünne Schichten kontrolliert herzustellen sowie Materialoberflächen mittels Trockenätzung zu behandeln.

Es wurden dünne Schichten aus wasserstoffreichem amorphen Kohlenstoff (a-C:H) abgeschieden, allgemein als DLC bezeichnet (engl. **diamond-like carbon**). Dabei lag die Zielsetzung bei der Herstellung von deuterierten Folien, um sie im Rahmen einer Experiment-Kampagne erproben zu können. Zu diesem Zweck wurde nicht nur ein geeigneter Plasmaprozess ausgewählt und erprobt, sondern auch eine Methode zur Synthese und Aufbereitung von deuteriertem Methan (CD_4) im Labormaßstab entwickelt. Aus den hergestellten Schichten (a-C:D) wurde eine spezielle Präparationsmethode angewandt, um freitragende Targets zu gewinnen, die sich insbesondere für Laser-Ionen-Experimente eignen. Zur Beurteilung eines ausgewählten Plasmaprozesses und den daraus resultierenden dünnen Schichten wurden unter anderem präzise Schichtdickenmessungen durchgeführt. Eine Bestimmung der chemischen Zusammensetzung mittels Ionenstrahlanalyse erfolgte explizit für die Schichten aus a-C:D, um den Erfolg der Schichtabscheidung zu verifizieren. Abschließend wurden zwei Targets, die aus einer dünnen freitragenden Folie des deuterierten Materials bestanden, am Hochenergie-Lasersystem PHELIX während einer Experiment-Kampagne („Neutronenstrahlzeit“) erfolgreich getestet.

Anregungen für die Zukunft

Die resultierende Schichtdicke konnte erst nach Ende eines Plasmaprozesses bzw. außerhalb der Prozessanlage bestimmt werden. Wie in Abschnitt 4.8 erwähnt, wäre es mit Hilfe einer optischen Ellipsometrie möglich [Franz, 2004], ein Schichtwachstum während des Prozesses zu erfassen. Geeignete Ports (Vakuumflansche) sind dafür am Rezipienten bereits vorhanden. Auch wenn diese Option im Rahmen der Arbeit aufgrund des apparativen, finanziellen und zeitlichen Aufwands nicht näher in Betracht gezogen wurde, wäre eine solche optische in-situ-Messmethodik für zukünftige Prozesse sehr zu empfehlen.

Um den aktuellen Fortschritt eines Plasmaprozesses beobachten und kontrollieren zu können, bietet sich vor allem eine optische Emissionsspektroskopie (OES) an [Franz, 2004]. Für die Herstellung von DLC-Schichten war ein solches „process monitoring“ nicht zwingend erforderlich. Im Falle eines Trockenätzprozesses, wie z.B. der Entfernung einer Fotolackbeschichtung („Veraschen“), kann mittels OES bzw. über das charakteristische Linienspektrum eines Niederdruckplasmas kontrolliert werden, wann ein Prozessschritt beendet werden sollte.

In Abschnitt 4.7.4 wurden die Einsatzmöglichkeiten eines Restgasanalysators bzw. Quadrupol-Massenspektrometers (QMS) erläutert. Um eine Gasanalyse auch (weit) oberhalb des zulässigen Arbeitsdrucks von $5 \cdot 10^{-4}$ mbar durchführen zu können, sollte der vakuumtechnische Aufbau entsprechend erweitert werden. Hierfür eignet sich vorzugsweise ein differenzielles Pumpsystem, das unter anderem mit Blenden oder Kapillaren ausgestattet ist [Wutz, 2010]. Auf diese Weise wird vermieden, dass eingeleitete Gasgemische nachteilig entmischt und inkorrekte Partialdrücke bzw. Gasverhältnisse gemessen werden. Eine Gasanalyse kann sinnvoll sein, um z.B. die Reinheit von Edukten zu bewerten sowie Plasmaprozesse bei der Schichtabscheidung oder beim Trockenätzen (Fotolackveraschung) zu verfolgen.

Während der in dieser Arbeit durchgeführten Plasmaprozesse blieben die eingestellten Parameter konstant, so dass sich üblicherweise Schichten ergaben, die in chemischer Zusammensetzung und Materialeigenschaft homogen waren. Mit einer entsprechenden Anpassung der Bediensoftware wäre es auch möglich, den Istwert für ein Instrument im Prozessverlauf dynamisch vorzugeben. Beispielsweise könnte man durch gezielte Ansteuerung eines Massenflussreglers eine zeitliche Änderung des Gasflusses vornehmen bzw. des Mischungsverhältnisses diverser Gase. Als Folge ließe sich ggf. die chemische Zusammensetzung einer sich bildenden Schicht variieren. Des Weiteren kann man über die angelegte Bias-Spannung oft ein Schichtwachstum beeinflussen. Über den Prozessverlauf bzw. die zunehmende Schichtdicke ließe sich auf diese Weise nicht nur die Zusammensetzung graduell einstellen, sondern auch eine Eigenschaft wie die Materialhärte oder Dichte; vgl. im Falle von DLC [Varhue et al. 1990; Schwarz-Selinger et al., 1999].

Abgesehen von einer subtraktiven Strukturierung mit Hilfe einer Trockenätzmethode und Maskierungsschicht, lassen sich mit einem PECVD-Verfahren auch Nano- und Mikrostrukturen erzeugen. Insbesondere mikrostrukturierte Targets könnten für Laser-Experimente von Interesse sein, um die absorbierbare Energie bzw. die Konversionseffizienz zu erhöhen. Beispielsweise wurden Nanodrähte aus Nickel als hocheffiziente „Absorber“ theoretisch untersucht und vorgeschlagen [Marjoribanks et al., 2008]. Oder es wurden PIC⁵¹-Simulationen von säulenförmigen Mikrostrukturen („tower targets“) durchgeführt, die Elektronen mit einer Energie von bis zu 150 MeV lieferten [Jiang et al., 2014].

Weitere vielversprechende „Kandidaten“ für derartige Strukturen ließen sich vor allem mittels PECVD-Verfahren maßgeschneidert herstellen und könnten sein: „Schwarzes Silizium“ [Liu et al., 2014] oder Kohlenstoff-Nanoröhrchen, insbesondere sog. VA-CNT⁵² [Melechko, 2005; Ostrikov/Xu, 2007]. Im zeitlichen Rahmen dieser Arbeit war es nicht mehr möglich, diese hochinteressanten Materialklassen näher zu betrachten, werden aber einem potentiellen Nachfolger wärmstens empfohlen.

51 Abkürzung für engl. partiel-in-cell

52 Abkürzung für engl. vertically aligned carbon nanotubes

Anhang

ANHANG – zu Kapitel 4

(1) SLR770 SERIES - USER'S MANUAL

Minimale Standfläche für PECVD-Hauptkonsole „Main Cabinet“, laut Figure 2-1:
Breite: ca. 172 cm x Tiefe: ca. 165 cm.

Umgebungsbedingungen (Manual-Abschnitt 2.1.1):

- ✓ Raumtemperatur: 15 °C (min) bis 26 °C (max)
- ✓ Luftfeuchtigkeit (bei 20 °C): 45 % rH (max)
- ✓ „For best processing results, wafer cassette sites should be provided with Class 10 air.“

Standard-Vorbereitung (Manual-Abschnitt 2.2)

- ✓ „Compressed Air“ / Druckluft:
sauber, trocken, 80 bis 90 psig (ca. 5,5 bis 6,2 bar)
Durchflussrate: 5 scfm (ca. 142 l/min.)
durchschnittliche Flussrate: 1 scfm (ca. 28 l/min.)
ölfrei bis 50 ppm, Filter: maximale Partikelgröße 3 µm
- ✓ „Machine Purge“ / Reinigungsgas („Fluid Input Panel“):
Stickstoff, 5 bis 7 psig (ca. 0,35 bis 0,48 bar) @ 1 slpm, Reinheit (empfohlen): 99,999 %
- ✓ „Flush Gas“ / Spülgas („Gas Panel“):
Stickstoff, 15 bis 20 psig (ca. 1 bis 1,4 bar) @ 1 slpm, Reinheit (empfohlen): 99,999 %
- ✓ „Vent Gas“ / Belüftungsgas:
Stickstoff, 15 bis 20 psig (ca. 1 bis 1,4 bar) @ 5 slpm (min) bis 10 slpm (max),
Reinheit (empfohlen): 99,999 %
- ✓ Elektrische Versorgung:
380 V-AC, dreiphasig, 100 Ampere (5-Leitungen)
- ✓ Kühlwasserversorgung:
1 bis 1,5 GPM (ca. 3,8 bis 5,7 l/min.) @ 30 bis 60 psig differentiell (ca. 2,1 bis 4,1 bar)
Temperatur: 20 bis 25 °C, Kühlleistung ca. 1 kW

Hinweise zur Wartung und deren Interval: siehe in Manuel „Maintenance Schedule“

(2) SLR770 SERIES, Plasma Processing System - **Equipment Manual, VOLUME ONE**

- Matching Network (Anpassungsnetzwerk für RF-Generator): AM-5
- RF-Generator: RFPP RF-5S
- Ion Gauge Controller: MKS Instruments, 290C
- Absolute Pressure Transducer: MKS Instruments, 623
- Absolute Pressure Transducer: MKS Instruments, 627
- Mass Flow Controller: MKS Instruments, 1100
- DC Power Supplies: POWER ONE HDD -15, HE 24
- Fluid Flow Switch: Proteus, 100C
- ECR Plasma Source: ASTEX AX4400
- Microwave Power Generator: ASTEX
- EMS Power Supply: EMS-27-185

(3) SLR770 SERIES, Plasma Processing System - **Equipment Manual, VOLUME TWO**

- LEYBOLD Turbovac 1000C + Spare Parts List
- LEYBOLD Turbotronik NT1000
- LEYBOLD Turbopumps & Converter: TMP151/361 & NT150/360
- LEYBOLD Rotary Vane Pump: Trivac D16
- LEYBOLD Turbotronik NT20
- LEYBOLD (Rotary Vane Pump): Trivac D65BCS
- High Vacuum Valve: HPS Vacucomp 150/160
- Adaptive Pressure Controller: VAT PM-4 / PM-5
- Control Gate Valve: VAT Series 64 / F64
- Auto Tuning Control: WATLOW 945A

(4) SLR770 Series Plasma Processing System - **Service Documentation**

Bemerkung:

Format DIN A3; Stand: „Manual prepared: 5/8/95“, reicht teils bis 1988 zurück!
PlasmaTherm, Inc., 9509 International Court, St. Petersburg, FL 33716, (813) 577-4999.

Ein überwiegender Anteil gibt Informationen zu „Engineering Parts List“ wieder wie zum Beispiel „Standard Part Number“, „Drawing No. or Vendor No.“).

Etliche schematische Skizzen, jedoch ohne Maßstäbe wie z.B.:
„Assembly, Chamber Shell - Fixed Electrode“, Seite 55; daher lückenhafte Dokumentation und kaum nachvollziehbare Schaltpläne, etc.; Beispiel: nur Bestückungsplan von ICs, etc. für „PCB, Assembly Status Interlock“ (Seite 20).

„Assembly Disconnect Box 100AMP“ (Skizze/Risszeichnung): Seite 42

Info zu „ASTEX Columinating Magnet - Part Description/Specifications“, Seite 47:

- Boundary 10,50 “ ID (26,67 cm) x 15,50 “ OD (39,37 cm) x 5,00 “ Height (12,7 cm),
- Coil Height: 3,70 “ (ca. 9,40 cm)
- Coil ID: 10,50 “ (26,67 cm)
- Coil OD: 14,00 “ (35,56 cm)
- Gewicht: 33 kg
- „Amp Turns“ (Ampere-Windungen): 12000 Aw = 12000 J/Wb

- Betriebsdaten der Spule, Áuszug:
 - ➔ ca. 180 A (laut Equipment Manual, „MODEL AX4400“, Seite 4-4)
 - ➔ Kühlwasserdurchflussrate: 3,7 l/min.
 - ➔ Wasserdifferenzdruck: 30 psig (ca. 2 bar)

Infos zu „VAT Control Gate Valve“, etc.: Seite 48

Infos zu ASTEX AX4400 ECR Plasma Source, Seite 49:

- Part Description/Specifications:
 - Manufacturer: Astex Applied Science and Technology Inc.
 - Wave Guide Components:
 - Circulator with Integral Reflected Power Monitor
 - Dummy Load
 - Symmetric Plasma Coupler with vertical Viewport used for Microwave Mode Conversion from TE₀₁ to TM₀₁
 - Water cooled Gas fed Waveguide to Plasma Window
 - Regulated Switching Power Supply
 - 5 kW Magnet (ECR)

Sonstige Angaben zu Skizzen, etc.:

- „Assembly, ECR Source (Astex)“, Skizze/Risszeichnung: Seite 63
- „Assembly, Lower Electrode – Heated“, Skizze/Risszeichnung, zeigt auch „Cooling Tube“: S. 69
- „Assembly, Wafer Lift“, Skizze/Risszeichnung: Seite 79
- „Assembly, Wafer Change Kit, 4 “ Wafer“, Skizze/Risszeichnung: Seite 82
- „Assembly, Load Lock w/Valve Body Ports“, Skizze/Risszeichnung: Seite 84ff.
- „Assembly, Lid, Loadlock“, Skizze/Risszeichnung: Seite 92
- „Assembly, Arm/Drive Mechanism“, Skizze/Risszeichnung: Seite 104
- „Assembly, Drive Mechanism“, Skizze/Risszeichnung: Seite 108
- „Assembly, Arm Manipulator“, Skizze/Risszeichnung: Seite 113
- „Assembly, Gas Enclosure, Primary Channels“, Skizze/Risszeichnung „MFC-Panel“: S. 129
- „Assembly, Pneumatic Control PCB“, Bestückungsplan/Skizze: Seite 135
- „Retrofit - Assembly, Pressure Regulator, Bearing Purge“ (for Pumps using Nupro Valve): Seite 159
- „Schematic Diagram, Junction Box, ECR Pod“ (u.a. ECR POD, 380V - 5Wire): Seite 177
- „Docking Module Interface“ A1 / „Schematic Diagram - Main Frame“ (umfangreiches Verzeichnis für Verdrahtungen): Seite 178 bis 184
- „Schematic Diagram - Docking Module, Harness“ (umfangreiches Verzeichnis für Verdrahtungen): Seite 185f.
- „Schematic, Shuttlelock - Interlock Diagram“ (Sicherheitsschalter): Seite 187
- „Schematic Status Interlock PCB“ (mit Optokoppler PC845): Seite 189
- Power Supplies: -15 V-DC, +15 V-DC, +24 V-DC, 115 VAC, EPO (GROUP 502): Seite 194
- „96Channel-Digital I/O“-Einsteckkarten (ULN2061, PC845, etc.): Seite 196f.
- „Disconnect Box“ (Schaltplan, GROUP 202), 100AMP, 5-Wire, 380 V-AC: Seite 199

Anhang - Geräte- und Instrumente „[DEV-...]“

[DEV-6224]

NI PCI-6224 / 191329E-02L, Fa. National Instruments; Artikel-Nr. 779067-01; Analogeingangsmodule (PCI) „Low-Cost M Series Multifunction Data Acquisition“; 32 Analogeingänge (16 diff. oder 32 single-ended): 16 bit; 250 kS/s; Spannungseingangsbereiche: ± 10 V; ± 5 V; ± 1 V; $\pm 0,2$ V; „Maximum working voltage for analog inputs (signal + common mode): ± 11 V of AI GND; overvoltage protection (AI <0..79>, AI SENSE, AI SENSE 2): Device on: ± 25 V for up to two AI pins / Device off: ± 15 V for up to two AI pins“ sowie 48 Digital-I/O-Kanäle, Counter/Timer mit 32 bit-Auflösung. **Zubehör:** 2x SHC68-68-EPM Kabel (geschirmt); Artikel-Nr. 192061-01; 68-Pos. D-Typ zu 68-Pos. VHDCI Offset; 1m und 2x SCB-68 geschirmter I/O-Anschlussblock; Artikel-Nr. 776844-01.

[DEV-6511]

NI PCI-6511/190184B-01L, Fa. National Instruments; Artikel-Nr. 778966-0; Industrie 64 Quelle/Senke Digitaleingänge; bankisoliert; Digitaleingangsmodule bzw. Digital-I/O-Gerät mit 64 Kanälen und bankweise isolierten Eingängen (Senke/Quelle) bei ± 30 V-DC; acht isolierte Bänke mit jeweils acht Kanälen, Digital-I/O-Watchdogs, programmierbare Eingangsfiler zum Entfernen von Störimpulsen und Signalspitzen sowie zur Entprellung bei Digitalschaltern und -relais durch softwareseitig einstellbare Digitalfilter. **Zubehör:** 1x CB-100 I/O-Anschlussblock; Artikel-Nr. 777812-01 mit Kabel vom Typ R1005050, 1m.

[DEV-6512]

NI PCI-6512/190356B-02L, Fa. National Instruments; Artikel-Nr. 778968-0; Industrie 64 Quelle Digitalausgänge; bankisoliert; Digitalausgangsmodule bzw. Digital-I/O-Gerät mit 64 Kanälen und bankweise isolierten Eingängen (Quelle) bei ± 30 V-DC; acht isolierte Bänke mit jeweils acht Kanälen, Digital-I/O-Watchdogs, programmierbare Eingangsfiler zum Entfernen von Störimpulsen und Signalspitzen sowie zur Entprellung bei Digitalschaltern und -relais durch softwareseitig einstellbare Digitalfilter. Stromlieferung (zulässig): 75 mA bei 25 °C pro Kanal bzw. 65 mA bei 35 °C pro Kanal, 350 mA pro Bank (25 °C/35 °C). **Zubehör:** 1x CB-100 I/O-Anschlussblock; Artikel-Nr. 777812-01 mit Kabel vom Typ R1005050, 1m.

[DEV-6703]

NI PCI-6703/183689R-02L, Fa. National Instruments; Artikel-Nr. 778316-0; Analogausgangsmodule (PCI); 16 Ausgänge: 16 bit; 25 kS/s; Spannungsausgabe: $\pm 10,1$ V (bei ± 10 mA max) sowie Digital I/O: 8 (TTL kompatibel); 16 bit DAC (multiplexed) mit zwei Kalibrierungskanälen. **Zubehör:** 1x SH68-68-D1 Kabel (geschirmt); Artikel-Nr. 183432-01 und 1x SCB-68 geschirmter I/O-Anschlussblock; Artikel-Nr. 776844-01.

[DEV-945A]

PID-Temperaturregler „945A-2CA3-A000“; S/N: PTI-75079F: „2“=Type J,K,T,N,C,PT 2 thermocouple; RTD 1°; 4-20 mA; 0-5 V-DC; „C“=Output#1: Switched DC (open-collector), non-isolated; „A“=none Output#2; „3“=Alarms: Single, mech. Relay, 06A/0-5 V-DC retransmit; „A“=no communications.

[DEV-ACTA]

APP NANO, SPM Probe Model: ACTA Part #ACTA-10, Mounted Probes: PARK System Compatible, Material: Si, N-Type, 0.01-0.025 Ohm/cm, Tip-Radius: <10 nm, f: 200-400 kHz, k: 13-77 N/m, Coating: Al (Reflex side); Shape: pyramidal; Height: 14-16 μ m.

[DEV-IPC]

Industrie-PC in 19“-Rackgehäuse mit: Intel Desktop Board D865GBF/D865PERC, E210882, PENTIUM 4, mPGA478 SOCKET 3.00GHz); Intel® 865G chipset; Formfaktor ATX: 9,6 Inches x 12,0-Inches; PCI-Steckplätze: 6x, AGP: 1x; Arbeitsspeicher: 1GB RAM.

[DEV-Pt100]

RTD-Temperatursensor, Typ: RBJ0TA040AK060, Fa. Watlow; „RB-Style“; DIN 0.00385 Curve; 2-Leiterausführung; 316 Stainless Steel; Einsatz: -50 bis 260 °C.

[DEV-Pyro]

Elektronisches Pyrometer, Typ KT19.82, Fa. Heimann Optoelectronics/EG&G, Temperaturmessbereich: -50 bis 1000 °C @Spektalbereich: 8 bis 14 µm; Det. Typ I; Spannungsversorgung: +24 V-DC via separatem Schaltnetzteil.

[DEV-Rel]

Relaisplatine „REL-PCB4 3“, Fa. Conrad Components; Bestell-Nr.: 503330-62, Teile-Nr.: 503330; Betriebs-/Schaltspannung: 24 V-DC; Kontaktart: 1 Wechsler; Schaltspannung (max): 60 V-DC; 125 V-AC Schaltstrom (max): 1 A; Anschluss: Schraubklemme.

[DEV-SLR770]

Typenschild „Main Cabinet“: „MODEL: SLR-770 ECR MF; SERIAL: PTI-75079F; POWER: 380 V, 3; DATE: 5/4/95 ; RATING: 50-60 Hz“.

[DEV-SSR]

Halbleiter-Relais (SSR), Fa. CRYDOM: „Dual Solid State“; Typ D24400D; Input: 4-15 V-DC; Output: 120/240 V-AC@40 A.



Literaturverzeichnis

- [AE, 2006] link: www.advanced-energy.com/upload/File/White_Papers/ENG-WHITE18-270-02.pdf (Stand: April 2018).
- [Aisenberg et al., 1971] S. Aisenberg and R. Chabot. J. Appl. Phys. 42, 2953 (1971).
- [Albers, 2006] J. Albers. *Grundlagen integrierter Schaltungen: Bauelemente und Mikrostrukturierung*. Carl Hanser Verlag (2006).
- [Amirikas et al., 1993] R. Amirikas, D.N. Jamieson, and S.P. Dooley. *Measurement of (p, p) Elastic Cross Sections for C, O and Si in the Energy Range 1.0-3.5 MeV*. NIMB 77, 110-116 (1993).
- [Ashland, 2018] link: www.gafchromic.com/gafchromic-film/radiotherapy-films (Stand: April 2018)
- [Batha et al., 2008] S.H. Batha, R. Aragonez, F.L. Archuleta, T.N. Archuleta, J.F. Benage, J.A. Cobble, J.S. Cowan, V.E. Fatherley, K.A. Flippo, D.C. Gautier, R.P. Gonzales, S.R. Greenfield, B.M. Hegelich, T.R. Hurry, R.P. Johnson, J.L. Kline, S.A. Letzring, E.N. Loomis, F.E. Lopez, S.N. Luo, D.S. Montgomery, J.A. Oertel, D.L. Paisley, S.M. Reid, P.G. Sanchez, A. Seifter, T. Shimada, and J.B. Workman. *TRIDENT high-energy-density facility experimental capabilities and diagnostics*. Review of Scientific Instruments, 79(10), (2008).
- [Boyd, 2003] R.W. Boyd. *Nonlinear Optics, Second Edition*. Academic Press, 2nd edition (2003).
- [Bubble, 2018] link: http://bubbletech.ca/product_type/bubble-detector-products (Stand: April 2018)
- [Chu et al., 1978] W.K. Chu, J.W. Mayer, and M.A. Nicolet. *Backscattering Spectrometry*. Academic Press, New York (1978).
- [Clark et al., 2000] E.L. Clark, K. Krushelnick, J.R. Davies, M. Zepf, M. Tatarakis, F.N. Beg, A. Machacek, P.A. Norreys, M.I.K. Santala, I. Watts, and A.E. Dangor. *Measurements of Energetic Proton Transport through Magnetized Plasma from Intense Laser Interactions with Solids*. Phys. Rev. Lett. 84, 670 (2000).
- [Eichler, 2010] J. Eichler and H.J. Eichler. *Laser - Bauformen, Strahlführung, Anwendungen*. Springer-Verlag, 7. Auflage (2010).
- [EqMan1] Plasma-Therm, Inc. *SLR770 SERIES, Plasma Processing System: Equipment Manual, VOLUME ONE*.
- [EqMan2] Plasma-Therm, Inc. *SLR770 SERIES, Plasma Processing System: Equipment Manual, VOLUME TWO*.
- [Fischer, 2000] W.J. Fischer. *Mikrosystemtechnik*. Vogel Buchverlag, ISBN 3-8023-1772-6, 1. Auflage (2000).
- [Fews et al., 1994] A.P. Fews, P.A. Norreys, F.N. Beg, A.R. Bell, A.E. Dangor, C.N. Danson, P. Lee, and S.J. Rose. *Plasma Ion Emission from High Intensity Picosecond Laser Pulse Interactions with Solid Targets*. Phys. Rev. Lett. 73, 1801 (1994).
- [Franz, 2004] G. Franz. *Niederdruckplasmen und Mikrostrukturtechnik*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 3. Auflage (2004).

[Gaillard et al., 2011] S.A. Gaillard, T. Kluge, K.A. Flippo, M. Bussmann, B. Gall, T. Lockard, M. Geissel, D.T. Offermann, M. Schollmeier, Y. Sentoku, and T.E. Cowan. *Increased laser-accelerated proton energies via direct laser-light-pressure acceleration of electrons in microcone targets*. Physics of Plasmas, 18(5), (2011).

[Geschwind, 2014] S. Geschwind. *Auswertung radiochromatischer Filme zur Spektrenbestimmung laser-beschleunigter Protonen*. Bachelor-Thesis, TU Darmstadt (2014).

[Gibbon, 2005] P. Gibbon. *Short Pulse Laser Interactions with Matter: An Introduction*. Imperial College Press, London (2005).

[Gitomer et al., 1986] S.J. Gitomer, R.D. Jones, F. Begay, A.W. Ehler, J.F. Kephart, R. Kristal. *Fast ions and hot electrons in the laser-plasma interaction*. Phys. Fluids 29, 2679 (1986).

[Gregg et al., 1966] D.W. Gregg, and S.J. Thomas. *Kinetic Energies of Ions Produced by Laser Giant Pulses*. Journal of Applied Physics, Vol. 37, No. 12, pp. 4313-4316 (1966).

[Grill et al., 1993] A. Grill and V. Patel. *Tribological properties of diamond-like carbon and related materials*. Diamond and Related Materials. Volume 2, Issues 5–7, 13 April, p. 597-605 (1993).

[GSI, 2017] link: www.gsi.de/start/aktuelles/detailseite///ionen_gegen_herzrhythmusstoerungen.htm (Stand: April 2018).

[Gurbich, 2016] A.F. Gurbich. *SigmaCalc Recent Development and Present Status of the Evaluated Cross-Sections for IBA*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 371: 27-32 (March 2016).

[Hatchett et al., 2000] S.P. Hatchett, C.G. Brown, T.E. Cowan, E.A. Henry, J.S. Johnson, M.H. Key, J.A. Koch, A.B. Langdon, B.F. Lasinski, R.W. Lee, A.J. Mackinnon, D.M. Pennington, M.D. Perry, T.W. Phillips, M. Roth, T.C. Sangster, M.S. Singh, R.A. Snavely, M.A. Stoyer, S.C. Wilks, and K. Yasuike. *Electron, photon, and ion beams from the relativistic interaction of petawatt laser pulses with solid targets*. Physics of Plasmas, 7(5): 2076–2082 (2000).

[Hargrove et al., 1964] L.E. Hargrove, R.L. Fork and M.A. Pollack. *Locking of he-ne laser modes induced by synchronous intracavity modulation*. Applied Physics Letters, 5(1): 4-5 (1964).

[Hegelich et al., 2006] B.M. Hegelich, B.J. Albright, J. Cobble, K. Flippo, S. Letzring, M. Paffett, H. Ruhl, J. Schreiber, R.K. Schulze, and J.C. Fernández. *Laser acceleration of quasi-monoenergetic MeV ion beams*. Nature, 439(7075): 441–444 (2006).

[Honig et al., 1963] R.E. Honig and J.R. Woolston. *Laser-Induced Emission of Electrons, Ions, and Neutral Atoms From Solid Surfaces*. Appl. Phys. Letters 2, 138 (1963).

[IBANDL IAEA, 2017] IBANDL IAEA database, IAEA, 2017, link: www-nds.iaea.org/ibandl (Stand: April 2018)

[ICFA, 2011] Beam Dynamics Newsletter No. 56. *International Committee for Future Accelerators*. December 2011.

[Jiang et al., 2014] S. Jiang, A.G. Krygier, D.W. Schumacher, K.U. Akli, and R.R. Freeman. *Effects of front-surface target structures on properties of relativistic laser-plasma electrons*. Phys. Rev. E 89, 013106 (2014).

[Jung, 2012] D. Jung. *Ion acceleration from relativistic laser nano-target interaction*. PhD Thesis, Ludwig-Maximilians-Universität München (2012).

-
- [Kaufmann, 2013] M. Kaufmann. *Plasmaphysik und Fusionsforschung*. Springer-Verlag. 2. Auflage (2013).
- [Kegel, 1998] W.H. Kegel. *Plasmaphysik - eine Einführung*. ISBN 3-540-63701-X. Springer-Verlag. 1. Auflage (1998).
- [Keppler et al., 2016] S. Keppler, A. Sävert, J. Körner, M. Hornung, H. Liebetrau, J. Hein, and M.C. Kaluza. *The generation of amplified spontaneous emission in high-power CPA laser systems*. Laser Photonics Rev., 10(2): 264–277 (2016).
- [Keudell et al., 1998] A. von Keudell and J. Abelson. Physical Review B, 59(8), 5791 (1998).
- [Keudell, 2018] A. von Keudell. *Vorlesungsskript: Einführung in die Plasmaphysik*. Sommersemester 2017. Ruhr-Universität Bochum. Link: www.ep2.ruhr-uni-bochum.de/files/skripte/skriptpp.pdf (Stand: 2019)
- [Kleinschmidt, 2017] A. Kleinschmidt. *Investigation of a laser-driven neutron source with respect to different fields of application*. PhD Thesis, TU Darmstadt, Darmstadt (2017).
- [Knoll, 2000] G.F. Knoll. *Radiation detection and measurement*. John Wiley & Sons, Inc., third edition (2000).
- [Köhler et al., 1985] K. Köhler, J.W. Coburn, D.E. Horne, E. Kay, and J.H. Keller. *Plasma potentials of 13.56 MHz RF argon glow discharges in a planar system*. Journal of Applied Physics. Volume 57, No. 1, pp. 59–66, (1985).
- [KöhlerM, 1998] M. Köhler. *Ätzverfahren für die Mikrotechnik*, ISBN 3-527-28869-4. Wiley-VCH-Verlag. 1. Auflage (1998).
- [Kolpaková et al., 2011] A. Kolpaková, P. Kudrna, and M. Tichý. *Study of Plasma System by OES (Optical Emission Spectroscopy)*. WDS'11 Proceedings of Contributed Papers, Part II, 180–185 (2011).
- [Konuma, 1992] M. Konuma. *Film Deposition by Plasma Techniques*. Atoms and Plasmas, Volume 10. ISBN 9783642845130. Springer Verlag (1992).
- [Lieberman, 2005] M.A. Lieberman, A.J. Lichtenberg. *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*. ISBN 0-471-72001-1. Wiley-Interscience. 2. Auflage (2005).
- [Linor, 1962] W.I. Linor. *Plasma Produced by Laser Bursts*. Bull. Am. Phys. Soc. 7, 440 (1962).
- [Linor, 1963] W.I. Linor. *Ion energies produced by laser giant pulse*. App. Phys. Lett. 3, 210-212 (1963).
- [Liu et al., 2014] X. Liu, P.R. Coxon, M. Peters, B. Hoex, J.M. Cole, and D.J. Fray. *Black silicon: fabrication methods, properties and solar energy applications*. Energy Environ. Sci. Band 7, Nr. 10, 4. August 2014, S. 3223–3263.
- [Maier-Komor, 1972] Maier-Komor. P Nucl Instrum Meth., 1972, 102: 485 (1972).
- [Maiman, 1960] T.H. Maiman. *Stimulated Optical Radiation in Ruby*. Nature, 187(4736): 493-494 (1960).
- [Marjoribanks et al., 2008] R. S. Marjoribanks, M. Servol, L. Lecherbourg, P. Forrester, H. Levy, L. McKinney, B. Teeple, Y. Candela, J.-C. Kieffer, S. Le Moal, G. Kulcsar, J. Sipe, P. Audebert, J.-P. Geindre, A. Heron, J.-C. Adam. *Theory and experiment in ultraintense laser-matter interaction in nano-structured Ni-nanowire targets*. Conference Paper: Quantum Electronics and Laser Science Conference, San Jose, California, US. May 4-9, 2008, ISBN: 978-1-55752-859-9, Intense Laser Interactions with Solids and Clusters (JWB).

-
- [McClung et al., 1962] F.J. McClung and R.W. Hellwarth. *Giant optical pulsations from ruby*. Journal of Applied Physics, 33(3): 828–829 (1962).
- [Maksimchuk et al., 2000] A. Maksimchuk, S. Gu, K. Flippo, D. Umstadter, and V.Y. Bychenkov. *Forward Ion Acceleration in Thin Films Driven by a High-Intensity Laser*. Phys. Rev. Lett. 84, 4108 (2000).
- [Malka et al., 2002] V. Malka, S. Fritzler, E. Lefebvre, M.-M. Aeonard, F. Burgy, J.-P. Chambaret, J.-F. Chemin, K. Krushelnick, G. Malka, S.P.D. Mangles, Z. Najmudin, M. Pittman, J.-P. Rousseau, J.-N. Scheurer, B. Walton, and A.E. Dangor. *Electron acceleration by a wake field forced by an intense ultrashort laser pulse*. Science, 298(5598): 1596–1600 (2002).
- [Mazzoni et al., 1998] S. Mazzoni, M. Chiari, L. Giuntini, P.A. Mandò, and N. Taccetti. *Proton Elastic Scattering Cross Section on Carbon from 350 keV to 3 MeV*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 136–138: 86-90 (March 1998).
- [McLaughlin et al., 1996] W.W. McLaughlin, M. Al-Sheikhly, D.F. Lewis, A. Kovacs, and L. Wojnarovits. *Radiochromic solid-state polymerization reaction*. American Chemical Society, 620: 152-166 (1996).
- [Melechko, 2005] A.V. Melechko. *Vertically aligned carbon nanofibers and related structures: Controlled synthesis and directed assembly*, J. Appl. Phys. 97, 041301 (2005).
- [Mulser, 2010] P. Mulser and D. Bauer. *High Power Laser-Matter Interaction*. Springer Tracts in Modern Physics. Springer (2010).
- [Nürnberg, 2010] F. Nürnberg. *Laser-Accelerated Proton Beams as a New Particle Source*. PhD Thesis, TU Darmstadt, Institut für Kernphysik (2010).
- [Ostrikov/Xu, 2007] K.K. Ostrikov and S. Xu: *Plasma-Aided Nanofabrication*. Wiley-VCH, ISBN 978-3-527-40633-3 (2007).
- [Pecher et al., 1998] P. Pecher and W. Jakob. *Determination of the absolute CH₃ radical flux emanating from a methane electron cyclotron resonance plasma*. Appl. Phys. Lett., 73(1), 31 (1998).
- [Pelka et al., 2010] A. Pelka, G. Gregori, D.O. Gericke, J. Vorberger, S.H. Glenzer, M.M. Günther, K. Harres, R. Heathcote, A.L. Kritcher, N.L. Kugland, B. Li, M. Makita, J. Mithen, D. Neely, C. Niemann, A. Otten, D. Riley, G. Schaumann, M. Schollmeier, An. Tauschwitz, and M. Roth. *Ultrafast Melting of Carbon Induced by Intense Proton Beams*. Physical Review Letters, Volume 105, Issue 26 (2010).
- [Peng et al., 1998] X.L. Peng and T.W. Clyne. Thin solid films, 312, 219 (1998).
- [Peschl, 2019] Link: <http://peschl-ultraviolet.com> (Stand: Mai 2019)
- [Plasma-i, 2019] Link: www.plasma-i.com (Stand: Mai 2019)
- [Pupp et al., 1991] W. Pupp, H. K. Hartmann. *Vakuumtechnik, Grundlagen und Anwendungen*. Carl Hanser-Verlag, München (1991).
- [Raizer et al., 1995] Y. P. Raizer, M. N. Shneider, and N. A. Yatsenko. *Radio-Frequency Capacitive Discharges*. ISBN 9780849386442, CRC Press (1995).
- [Robertson, 1992] J. Robertson. *Properties of diamond-like carbon*. Surface and Coatings Technology. Volume 50, Issue 3, 185 (1992).
- [Robertson, 2002] J. Robertson. *Diamond-like amorphous carbon*. Materials Science and Engineering: R: Reports, 37(4-6): 129-281, doi: 10.1016/S0927-796X(02)00005-0 (2002).

-
- [Roth et al., 2001] M. Roth, T.E. Cowan, M.H. Key, S.P. Hatchett, C. Brown, W. Fountain, J. Johnson, D.M. Pennington, R.A. Snavely, S.C. Wilks, K. Yasuike, H. Ruhl, F. Pegoraro, S.V. Bulanov, E.M. Campbell, M.D. Perry, and H. Powell. *Fast ignition by intense laser-accelerated proton beams*. Phys. Rev. Lett., 86: 436–439 (2001).
- [Roth et. al, 2013] M. Roth, D. Jung, K. Falk, N. Guler, O. Deppert, M. Devlin, A. Favalli, J. Fernandez, D. Gautier, M. Geissel, R. Haight, C.E. Hamilton, B.M. Hegelich, R.P. Johnson, F. Merrill, G. Schaumann, K. Schoenberg, M. Schollmeier, T. Shimada, T. Taddeucci, J.L. Tybo, F. Wagner, S.A. Wender, C.H. Wilde, and G.A. Wurden. *Bright laser-driven neutron source based on the relativistic transparency of solids*. Phys. Rev. Lett., Volume 11, Issue 4 (2013).
- [Saha, 1920] M. Saha: *Ionization in the Solar Chromosphere*. Phil. Mag. 40 (1920).
- [Schwarz-Selinger et al., 1999] T. Schwarz-Selinger, A. von Keudell, and W. Jacob. *Plasma chemical vapor deposition of hydrocarbon films: The influence of hydrocarbon source gas on the film properties*. Journal of Applied Physics 86, 3988 (1999).
- [ServMan] Plasma-Therm, Inc. *SLR770 SERIES, Plasma Processing System: Service Documentation*.
- [Silva et al., 2002] S.R.E. Silva, J.D. Carey, R.U.A. Khan, E.G. Gerstner, and J.V. Anguita. *Amorphous carbon thin films*. In H.S. Nalwa, M.Sc., and Ph.D., editors, Handbook of Thin Films, Vol. 4, Chap. 9, Academic Press, Burlington (2002).
- [SIMNRA, 1997] M. Mayer, SIMNRA User's Guide, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, Germany, 1997 Report IPP 9/113, link: www.rzg.mpg.de/~mam/.
- [Smecka et al., 2007] F. Smecka and M. Hajek. *Neutronendosimetrie mit Bubbledetektoren*. AIAU 27607 (2007).
- [Snavely et al., 2000] R.A. Snavely, M.H. Key, S.P. Hatchett, T.E. Cowan, M. Roth, T.W. Phillips, M.A. Stoyer, E.A. Henry, T.C. Sangster, M.S. Singh, S.C. Wilks, A. MacKinnon, A. Offenberger, D.M. Pennington, K. Yasuike, A.B. Langdon, B.F. Lasinski, J. Johnson, M.D. Perry, and E.M. Campbell. *Intense high-energy proton beams from petawatt-laser irradiation of solids*. Phys. Rev. Lett., 85: 2945-2948 (2000).
- [Spencer, 1994] J.T. Spencer, Prog. Inorg. Chem. 41, 145 (1994).
- [Stolarz, 2014] A. Stolarz. *Target preparation for research with charged projectiles*. J Radioanal Nucl. Chem. 2014; 299(2): 913–931, (2014).
- [Strickland et al., 1985] D. Strickland and G. Mourou. *Compression of amplified chirped optical pulses*. Optics Communications, 55: 447-449 (1985).
- [Stroth, 2011] U. Stroth. *Plasmaphysik - Phänomene, Grundlagen, Anwendungen*. Vieweg+Teubner Verlag. 1. Auflage (2011).
- [Tebartz, 2014] A. Tebartz. *Entwicklung von dünnen Polymerfolien zur Laser-Ionenbeschleunigung an PHELIX*. Master Thesis, TU Darmstadt, Darmstadt (2014).
- [Tebartz, 2016] A. Tebartz, S. Bedacht, G. Schaumann, and M. Roth. *Fabrication and characterization of thin polymer targets for laser-driven ion acceleration*. J. Phys.: Conf. Ser., 713(012005), (2016).
- [Tonks et al., 1929] L. Tonks, I. Langmuir. Phys. Rev. 33, p195 (1929).
- [Treiber, 1985] H. Treiber. *Lasertechnik*. Frech-Verlag, 2. Auflage (1985).
- [UserMan] Plasma-Therm, Inc. *SLR770 SERIES, Plasma Processing System: User's Manual*.
- [Varhue et al., 1990] W.J. Varhue, K.A. Pandelisev, and B.S. Shinseki. J. Appl. Phys. 67, 3835 (1990).

[Wagner, 2014] F. Wagner. *Kontrolle des zeitlichen Kontrastes am Lasersystem PHELIIX*. PhD Thesis, TU Darmstadt (2014).

[Wielunska et al., 2015] B. Wielunska, M. Mayer, T. Schwarz-Selinger, U. von Toussaint, and J. Bauer. *Cross Section Data for the $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ Nuclear Reaction from 0.25 to 6 MeV*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, (2015).

[Wilks et al., 2001] S.C. Wilks, A.B. Langdon, T.E. Cowan, M. Roth, M. Singh, S. Hatchett, M.H. Key, D. Pennington, A. MacKinnon, and R.A. Snavely. *Energetic proton generation in ultraintense laser-solid interactions*. Physics of Plasmas, 8(2): 542–549 (2001).

[Willingale et al., 2011] L. Willingale, G.M. Petrov, A. Maksimchuk, J. Davis, R.R. Freeman, A.S. Joglekar, T. Matsuoka, C.D. Murphy, V.M. Ovchinnikov, A.G.R. Thomas, L. Van Woerkom, and K. Krushelnick. *Comparison of bulk and pitcher-catcher targets for laser-driven neutron production*. Phys. Plasmas, 18(083106), (2011).

[WSP, 1983] *Wissenspeicher Plasmatechnik*. VEB Fachbuchverlag Leipzig. Lizenz-Nr. 114-210/66/83. 1. Auflage (1983).

[Wutz, 2010] K. Justen (Hrsg.). *Wutz: Handbuch der Vakuumtechnik*. Friedr. Vieweg & Teubner, Wiesbaden, 10. Auflage (2010).

[Yin et al., 2006] L. Yin et al. *GeV laser ion acceleration from ultrathin targets: The laser break-out afterburner*. Laser and Particle Beams, 24 291 (2006).

[Yu et al., 2012] T.J. Yu, S.K. Lee, J.H. Sung, J.W. Yoon, T.M. Jeong, and J. Lee. *Generation of high-contrast, 30 fs, 1.5 PW laser pulses from chirped-pulse amplification Ti:sapphire laser*. Opt. Express, 20(10): 10807-10815 (2012).

Publikationsliste

(Co-Autor)

S. Busold, A. Almomani, V. Bagnoud, W. Barth, S. Bedacht, A. Blažević, O. Boine-Frankenheim, C. Brabetz, T. Burris-Mog, T.E. Cowan, O. Deppert, M. Droba, H. Eickhoff, U. Eisenbarth, K. Harres, G. Hoffmeister, I. Hofmann, O. Jaeckel, **R. Jaeger**, M. Joost, S. Kraft, F. Kroll, M. Kaluza, O. Kester, Z. Lecz, T. Merz, F. Nürnberg, H. Al-Omari, A. Orzhekhovskaya, G. Paulus, J. Polz, U. Ratzinger, M. Roth, G. Schaumann, P. Schmidt, U. Schramm, G. Schreiber, D. Schumacher, T. Stoehlker, A. Tauschwitz, W. Vinzenz, F. Wagner, S. Yaramyshev, and B. Zielbauer. *Shaping laser accelerated ions for future applications – The LIGHT collaboration*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A (2013).

F. Wagner, S. Bedacht, V. Bagnoud, O. Deppert, S. Geschwind, **R. Jaeger**, A. Ortner, A. Tebartz, B. Zielbauer, D.H.H. Hoffmann, and M. Roth. *Simultaneous observation of angularly separated laser-driven proton beams accelerated via two different mechanisms*. Phys. Plasmas 22, 063110 (2015).

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen ganz herzlich bedanken, die mir die Promotion ermöglicht und zum erfolgreichen Gelingen beigetragen haben. Im Rahmen dieser Arbeit habe ich die wunderbare Gelegenheit bekommen, ein vielschichtiges, äußerst aktuelles und aufregendes Forschungsgebiet kennenzulernen. Trotz gelegentlicher Hürden und Flauten bin ich froh, meine Dankbarkeit auch in Form dieser Arbeit zurück geben zu können – endlich;-).

Zunächst gilt mein tiefster Dank Herrn Prof. Dr. Markus Roth, der mir mit einem spannenden Thema einen Platz in seiner Arbeitsgruppe bot. Aller besten Dank für die ausdauernde Unterstützung und das nie versiegende Vertrauen.

Im gleichen Maße möchte ich Herrn Dr. Gabriel Schaumann meinen herzlichsten Dank aussprechen, der mir bei allerlei Fragen und Anliegen immer treu zur Seite stand und – wenn mal Bedarf ersichtlich war – meinen thematischen Fokus „nachjustierte“. Auch ihm bin ich für seine unermüdliche Unterstützung zutiefst dankbar und dass er mir die faszinierende Welt von mitunter klitze-kleinen Targets näherbrachte.

Ebenso danke ich Herrn Prof. Dr. Oliver Boine-Frankenheim, als zweiten Gutachter zu fungieren.

Ich bedanke mich bei Dr. Annika Kleinschmidt für das freundliche Entgegenkommen, ausgewählte Targets im Rahmen ihrer „Neutronenstrahlzeit“ erprobt haben zu dürfen sowie für die anschließende Aufbereitung und Bereitstellung der entsprechenden Messdaten. Zugleich möchte ich auch Johannes Ding für seine tatkräftige Unterstützung hierbei danken.

Dr. Alexandra Tebartz und Johannes Hornung danke ich für die Hilfe bei der RCF-Auswertung.

Außerdem gilt mein Dank natürlich meiner gesamten Arbeitsgruppe, insbesondere Oliver Deppert, Nico Neumann und Torsten Abel. Auch dem wundervollen Team der Elektronik- und Mechanischen Werkstatt des IKPs bin ich für ihren teils äußerst schnellen Rat und Tat sehr dankbar.

Des Weiteren möchte ich ganz herzlich Dr. Thomas Schwarz-Selinger für die Gelegenheit danken, einen Tandembeschleuniger auch praxisnah kennengelernt zu haben sowie für sein wertvolles, besonderes Engagement bei der Durchführung der Ionenstrahlanalysen, deren Aufbereitung und Interpretation.

Herrn Dr. Jonny Birkhan danke ich dafür, dass er im Rahmen seinen genialen Einsteigerkurses mein Interesse an Mikrokontrollern & Co. geweckt hat.

Ich danke Bernd Podratzki für seine tollen „REM-Schnappschüsse“ aus dem targetlichen Mikrokosmos. Timo Junker möchte ich für die Gelegenheit einen Dank aussprechen, durch sein Engagement den Umgang mit CAD-Programmen kennengelernt zu haben. Ich möchte auch Dirk Freitag für Rat und Tat danke sagen, insbesondere für seine großzügige Spende an Glaswaren und Co.

Ich bedanke mich bei Dr. Andreas Neugebauer, der die Fertigstellung dieser Doktorarbeit leider nicht mehr erleben durfte, für seine unvergessliche Freundschaft, seinen Glauben an mich und dafür, dass er immer die passenden („sauren“) Chemikalien für mich parat hatte.

Ein herzlicher Dank gilt Rainer Haseitl für seine stetige und auch bedächtige Motivation sowie für das teils kritische und hilfreiche Korrekturlesen.

Ebenso möchte ich mich bei Herrn Christof Diener (Diener electronic GmbH) für die sehr lehrreiche und praxisnahe Erfahrung bedanken, die mir einst einen tieferen Einblick in die Plasmatechnologie gewährte.

Nicht zuletzt bedanke ich mich bei meinen Eltern – Eileen und Volker Jaeger – für ihr jahrelanges Verständnis, Vertrauen und die finanzielle Unterstützung während meines umfangreichen Studiums.

Welchen Dank ich meiner liebsten Simone Wolf schulde, mag ich kaum nur in ein paar Worte fassen. Sie hat mich nicht nur unermüdlich im Leben und während der teils äußerst zeitintensiven (Doktor-)Arbeit „scharfsinnig“ unterstützt, sondern hat stets an mich geglaubt und dabei so manche Laune meinerseits tapfer ertragen. Ja, euch beiden – groß und sehr klein;-) – aller herzlichsten, liebsten und wundervollen Dank!

Und zu guter Letzt möchte ich mich bei Friedrich Nietzsche bedanken, dessen folgendes Sprichwort mir mehr als einmal während meiner Promotionszeit in den Sinn gekommen ist:

*Das Tragische an jeder Erfahrung ist,
dass man sie erst macht,
nachdem man sie gebraucht hätte.*

Lebenslauf

Persönliche Angaben

Name:	Robert Paul Jaeger
Geburtsdatum	1. Juli 1976
Geburtsort	München
Staatsangehörigkeit	deutsch

Ausbildung

10/2009	Erstes Staatsexamen für das Lehramt an Gymnasien TU Darmstadt, Abschlussarbeit AG Prof. Franz Fujara, Titel: „Entwicklung eines Hochtemperaturprobenkopfes für ein NMR-Field-Cycling-Spektrometer“
10/2002 bis 10/2009	Studium auf das Höhere Lehramt (HLA): Physik, Chemie Technische Universität Darmstadt
10/1998 bis 09/2002	Studium der Materialwissenschaften Technische Universität Darmstadt
07/1997 bis 07/1998	Zivildient „Diakonie Sozialstation“, DE-49324 Melle
06/1997	Abitur „Gymnasium Melle“, DE-49324 Melle

Berufserfahrung

seit 06/2016	GSI Helmholtzzentrum GmbH, Darmstadt SC Magnets & Testing (SCM): „SIS100“ und „SuperFRS“ Entwicklung LabVIEW-Applikation, Elektronik, Messaufgaben
01/2016 bis 05/2016	Göde Wissenschaftsstiftung, DE-63857 Waldaschaff Wissenschaftl. Mitarbeiter, u.a. für Projektplanung, Entwicklung und Aufbau von Experimenten sowie wissenschaftliche Recherchen
07/2013 bis 02/2015	Technische Universität Darmstadt AG Prof. Markus Roth, Laser- und Plasmaphysik Anstellung am Institut für Kernphysik (Promotion)
07/2010 bis 06/2013	Technische Universität Darmstadt AG Prof. Markus Roth, Laser- und Plasmaphysik Stipendium der „HGS-HiRe for FAIR“ (Promotion)
2003 bis 2010	Göde Wissenschaftsstiftung, DE-63857 Waldaschaff Studentische Hilfskraft, u.a. für Entwicklung und Aufbau von Experimenten sowie wissenschaftliche Recherchen
07/2006	Deutsche Schülerakademie (DSA) Teilnahme als Kursleiter, Fachgebiet: Chemie

Praktische Erfahrung und Auslandsaufenthalte

10/2012 bis 11/2012	Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL), USA Forschungsaufenthalt
02/2010 bis 06/2010	Diener electronic GmbH, DE-72224 Ebhausen
06/2002 bis 08/2002	MERCK KGaA, DE-64579 Gernsheim New Business Chemicals - Ceramic High-Tc-Superconductors

Erklärung zur Dissertation

Hiermit versichere ich, die vorliegende Dissertation ohne Hilfe Dritter nur mit den angegebenen Quellen und Hilfsmitteln angefertigt zu haben. Alle Stellen, die aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht. Diese Arbeit hat in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen.

Darmstadt, den

(Robert Jaeger)